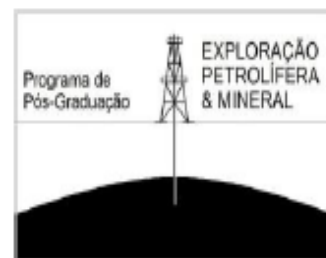




Universidade Federal de Campina Grande
Programa de Pós-Graduação em Exploração
Petrolífera e Mineral



Beneficiamento de Caulim na Região do Junco do Seridó/PB e
Equador/RN e Classificação de Partículas em Hidrociclone

Vitor Leão Santana

Orientador: Prof. Dr. Elbert Valdiviezo Viera

Coorientador: Dr. Francisco W Hollanda Vidal

Campina Grande, 2017

DISSERTAÇÃO

Apresentada à Universidade Federal de Campina Grande, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Exploração Petrolífera e Mineral para obtenção do Título de Mestre.

Beneficiamento de Caulim na Região do Junco do Seridó/PB e Equador/RN através da Classificação de Partículas em Hidrociclone

Por

VITOR LEÃO SANTANA

Prof. Dr. Elbert Valdiviezo Viera
Orientador

Dr. Franscisco W Hollanda Vidal
Coorientador

CAMPINA GRANDE – PB

VITOR LEÃO SANTANA

Beneficiamento de Caulim na Região do Junco do
Seridó/PB e Equador/RN através da Classificação de
Partículas em Hidrociclone

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr Elbert Valdiviezo Viera

Prof. Dr^a Claudia Maria de Oliveira Raposo

Prof. Dr^a José Avelino Freire

CAMPINA GRANDE – PARAÍBA
2017

RESUMO

Na região compreendida entre as cidades do Junco do Seridó/PB e Equador/RN ocorrem diversos depósitos de caulins associados à alteração dos feldspatos nos pegmatitos. A classificação desse minério mostra-se como uma tendência para melhoria do beneficiamento nas unidades da região. Em função das diversas vantagens da utilização de hidrociclones para esta etapa do processo, a inserção deste procedimento tem se mostrado bastante comum e inovadora na região. Assim, a partir de análises granulométricas, mineralógicas, imagens de microscópio eletrônico de varredura, análises químicas e ensaios de classificação no ciclone foram determinados os melhores parâmetros para classificação e beneficiamento do Caulim da região. Os ensaios realizados em hidrociclone em escala de bancada mostraram a possibilidade de obtenção de concentrados com teores de 92,92 % de caulinita, ajustando a pressão de alimentação da polpa em $2,0 \text{ kg.cm}^{-2}$; abertura do apex em 10 mm, alimentação da polpa com válvula aberta. Outros parâmetros foram mantidos constantes como granulometria de alimentação: < 60 malhas *Mesh* (0,250 mm) e 22,0 % de porcentagem de sólidos.

Palavras chave: caulim, hidrociclone, pegmatitos

Abstract

In the region between the cities of Junco do Seridó / PB and Ecuador / RN there are several kaolin deposits associated with the change of feldspars in pegmatites. The classification of this ore appears to be a trend towards improved processing in the units of the region. Given the various advantages of using hydrocyclones for this stage of the process, the insertion of this procedure has proved to be quite common and innovative in the region. Thus, from granulometric, mineralogical analyzes, scanning electron microscope images, chemical analyzes and cyclone classification tests, it was determined the best parameters for classification and processing of kaolin in the region. The tests carried out on hydrocyclone on a bench scale showed the possibility of obtaining concentrates with contents of 92.92% of kaolinite, adjusting the feed pressure of the pulp to 2.0 kg.cm^{-2} ; Opening of the apex in 10 mm, feeding of the pulp with valve open. Other parameters were maintained constant as feed particle size: <60 mesh (0.250 mm) and 22.0% solids percentage.

Key words: kaolin, hydrocyclone, pegmatites

Agradecimentos

Agradeço primeiramente a Deus pelo sustento, força e graça por ter conseguido chegar até aqui.

Aos meus pais, Rubem e Jamin pelo apoio incondicional nas minhas decisões e palavras de motivação. Por eles, eu nunca desisti!

Agradeço a minha irmã Camila, que sempre acreditou no meu sucesso.

Aos meus colegas do Programa de Pós-Graduação em Exploração Petrolífera e Mineral que fizeram os anos em Campina Grande serem os melhores até aqui.

Aos professores do PPGEPM, pelos ensinamentos e momentos de dúvidas esclarecidas.

Um agradecimento especial também a turma de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Campina Grande, bem como todo o corpo docente de professores e funcionários, que em todo o momento me apoiaram e me ajudaram. À CAPES pela concessão da bolsa de estudos. Ao MCTI pelo apoio financeiro do projeto EAs CETEM/UFCG.

Ao meu orientador Dr. Elbert Valdiviezo Viera, pela paciência e perseverança na execução destes estudos.

Aos senhores Dr. Francisco Wilson Hollanda Vidal e Dr. Luiz Carlos Bertolino pelos direcionamentos e conselhos, além do apoio na realização dos ensaios de caracterização nas instalações do CETEM-RJ.

Lista de Figuras

| | | |
|-----------|--|----|
| Figura 1 | Fluxograma dos processos de beneficiamento do Caulim na empresa JPR Mineração | 15 |
| Figura 2 | Localização da Província Pegmatítica da Borborema | 22 |
| Figura 3 | Mapa da região do Seridó: em destaque, a região entre as cidades de Junco do Seridó e Equador | 25 |
| Figura 4 | Principais aplicações industriais do caulim | 26 |
| Figura 5 | Fluxograma do Processo do Beneficiamento do Caulim adotado por empresas de grande porte | 28 |
| Figura 6 | Fluxograma típico do processo de beneficiamento do caulim adotado por pequenas empresas nos Estados da Paraíba e Rio Grande do Norte | 29 |
| Figura 7 | Tanques de decantação do Caulim – Mineração São João | 30 |
| Figura 8 | Filtro prensa utilizado na filtração e confecção das tortas – Mineração JM Silva | 30 |
| Figura 9 | Secagem do concentrado de Caulim em fornos a lenha – Mineração São João | 31 |
| Figura 10 | Esquema dos componentes de um hidrociclone | 32 |
| Figura 11 | Esquemas de tipos de descarga do underflow do hidrociclone | 34 |
| Figura 12 | Hidrociclone da Unidade de Beneficiamento da JPR Mineração | 36 |
| Figura 13 | Arranjo de equipamentos e acessórios para a realização dos ensaios | 37 |
| Figura 14 | Quarteador utilizado para a separação das amostras | 38 |
| Figura 15 | Granulômetro Malvern | 39 |
| Figura 16 | Difratômetro de Raios-X | 40 |
| Figura 17 | Metalizador utilizado para a preparação de amostras | 41 |

| | | |
|-----------|---|----|
| Figura 18 | Microscópio Eletrônico de Varredura HITACHI | 41 |
| Figura 19 | Hidrociclone utilizado para testes de bancada no IFPB-Campina Grande | 42 |
| Figura 20 | Distribuição porcentual do tamanho de partículas da polpa de alimentação do hidrociclone. | 47 |
| Figura 21 | Frequência Acumulada variando os Apex e mantendo a pressão constante em 0,50 kgf/cm ² | 49 |
| Figura 22 | Distribuição porcentual do tamanho de partículas da fração do “overflow” do ciclone, com variação da abertura do apex e mantendo a pressão constante em 0,55 kgf/cm ² | 50 |
| Figura 23 | Distribuição porcentual do tamanho de partículas da fração do “overflow” do ciclone com variação do fluxo de alimentação. Condições operacionais: abertura do apex de 15 mm e 14,5 mm e pressão de alimentação de 0,50 kgf.cm ⁻² | 53 |
| Figura 24 | Distribuição porcentual do tamanho de partículas da fração do “overflow” do ciclone com variação do fluxo de alimentação. Condições operacionais: abertura do apex de 16 mm e 14 mm e pressão de alimentação de 0,50 kgf.cm ⁻² | 54 |
| Figura 25 | Distribuição porcentual do tamanho de partículas da fração do “overflow” do ciclone com variação do fluxo de alimentação. Condições operacionais: abertura do apex de 12 mm e pressão de alimentação de 0,50 kgf.cm ⁻² | 55 |
| Figura 26 | Distribuição porcentual do tamanho de partículas da fração do “overflow” do ciclone com variação da pressão de alimentação. Condições operacionais: abertura do apex de 14 mm e pressão de alimentação de 0,50 e 0,55 kgf.cm ⁻² | 58 |
| Figura 27 | Drx da alimentação do ciclone (amostra 01) | 60 |
| Figura 28 | Drx da fração Underflow do ciclone (amostra 02) | 61 |
| Figura 29 | Drx da fração Overflow do ciclone (amostra 27) | 62 |
| Figura 30 | Mev - Alimentação do hidrociclone. Aumento: 2.500x | 64 |
| Figura 31 | Mev - <i>Underflow</i> do Hidrociclone. Aumento: 250x | 64 |
| Figura 32 | Mev - Overflow do Hidrociclone. Aumento: 250x | 65 |

| | | |
|-----------|--|----|
| Figura 33 | Mev - Micrografia da fração overflow do ciclone, mostrando partículas de caulinita e presença de mica moscovita, Aumento: 2.500x | 66 |
| Figura 34 | Mev – Micrografia do overflow do ciclone, mostrando a caulinita concentrada junto com mica. Aumento: 2.000x | 67 |
| Figura 35 | Difratograma da Amostra nº 02, com o refinamento Rietveld. | 70 |
| Figura 36 | Difratograma da Amostra nº 04, com o refinamento Rietveld. | 71 |
| Figura 37 | MEV - Amostra nº 01. Aumento: 500x. | 72 |
| Figura 38 | MEV - Amostra nº 01 com análise EDX das fases presentes. | 73 |
| Figura 39 | MEV - Amostra nº 02. Aumento: 500x. | 74 |
| Figura 40 | MEV da amostra nº 02 obtida com detector de EDX para identificação defases minerais. Aumento: 500x. | 75 |
| Figura 41 | MEV - Amostra nº 03. Aumento: 500x | 76 |
| Figura 42 | MEV - Amostra nº 03 com análise EDX das fases presentes | 77 |
| Figura 43 | MEV da amostra nº 06. Aumento: 500x | 78 |

Lista de Tabelas

| | | |
|----------|--|----|
| Tabela 1 | Classificação de pegmatito granítico | 19 |
| Tabela 2 | Ensaio de classificação realizados no hidrociclone em campo e suas respectivas condições de operação | 44 |
| Tabela 3 | Resultados da Análise Química das amostras do ensaio de campo | 68 |
| Tabela 4 | Amostras selecionadas para análises | 69 |
| Tabela 5 | Análise quantitativa pelo Método de Rietveld | 71 |
| Tabela 6 | Resultados de Fluorescência de Raios-X: Elementos Maiores | 80 |
| Tabela 7 | Resultados de Fluorescência de Raios-X: Elementos Menores | 81 |

SUMÁRIO

| | |
|--|----|
| 1 – INTRODUÇÃO | 13 |
| 2 – OBJETIVOS | 17 |
| 3 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 18 |
| 3.1 – Pegmatitos | 18 |
| 3.2 – Província pegmatítica da Borborema (PPB) | 21 |
| 3.3 – Lavra e beneficiamento | 26 |
| 3.4 – Aspectos teóricos da classificação em hidrociclone | 31 |
| 4 – MATERIAIS E MÉTODOS | 36 |
| 4.1 Ensaaios de classificação em unidade de beneficiamento | 36 |
| 4.1.1 – Preparação das amostras | 37 |
| 4.1.2 – Ensaaios de granulometria | 39 |
| 4.1.3 – Difração de raios-X | 40 |
| 4.1.4 – Microscopia eletrônica de varredura | 40 |
| 4.2 Ensaaios realizados em bancada | 42 |
| 4.2.1 Difração de raios-X | 43 |
| 4.2.2 Fluorescência de raios-x | 43 |
| 4.2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) | 43 |
| 5 – RESULTADOS E DISCUSSÃO | 44 |
| 5.1 – Classificação em unidade de beneficiamento | 44 |
| 5.1.1 – Análise mineralógica | 59 |
| 5.1.2 - Microscopia eletrônica de varredura | 63 |
| 5.1.3 – Análise química por fluorescência de raios-X | 67 |
| 5.2 - Classificação em escala de bancada | 69 |

| | |
|---|----|
| 5.2.1 Análise Mineralógica | 70 |
| 5.2.2 Microscopia eletrônica de varredura | 72 |
| 5.2.3 Análise química por fluorescência de raios-X | 79 |
| 6 – CONCLUSÕES | 83 |
| 7 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS | 86 |
| 8 – AGRADECIMENTOS | 87 |
| 9 – REFERÊNCIAS | 88 |
| ANEXO 1: PROCEDIMENTOS ADOTADOS NA PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA AS ANÁLISES REALIZADAS. | |

1. INTRODUÇÃO

O termo pegmatito é usualmente aplicado a rochas holocristalinas que apresentam uma granulação muito grosseira. Os pegmatitos possuem a característica de apresentarem extremas variações no que se refere ao tamanho dos grãos. (JAHNS, 1955).

Entre os pegmatitos mais conhecidos do Brasil destacam-se os que ocorrem na Província Pegmatítica da Borborema localizada entre os Estados da Paraíba, Rio Grande do Norte e do Ceará.

Na região compreendida entre os municípios do Junco do Seridó/PB e Equador/RN ocorrem diversos depósitos de caulins associados à alteração dos feldspatos nos pegmatitos. Os pegmatitos caulinitizados estão inseridos no Grupo Seridó de idade pré-cambriana e possuem grande variação de tamanho, podendo chegar a algumas dezenas de metros de largura (SILVA e DANTAS, 1997).

Na mineração do caulim dessa região, destaca-se a lavra e o beneficiamento ainda muito artesanal, observando-se a necessidade de inserção de novas tecnologias de lavra e processamento de minérios.

Nesse contexto, a utilização de hidrociclones na classificação de caulins mostra-se como uma tendência para melhoria do beneficiamento nas unidades da região, haja visto que, a caulinita, principal mineral valioso, apresenta-se em granulometrias menores que 2,0 micrometros. O termo caulim designa a rocha constituída de diversos minerais, entre eles a caulinita.

Por essa razão, a classificação de partículas em hidrociclone seria uma alternativa de grande praticidade, versatilidade e capacidade para separar a caulinita na fração fina (*Overflow*) dos outros minerais, principalmente o quartzo, e a mica. Nessa operação de classificação de partículas, em função do tamanho, o hidrociclone está sendo utilizado, na prática, como equipamento de concentração da caulinita.

Por outro lado, o conhecimento dos parâmetros de maior relevância de operação do hidrociclone é de extrema importância, podendo-se otimizar a produção, minimizando as perdas, tendo assim um melhor aproveitamento do produto.

Alguns modelos empíricos e semiempíricos sobre a operação com hidrociclone foram desenvolvidos ao longo dos últimos anos, para minérios metálicos; porém quando se contempla a sua aplicabilidade no beneficiamento de caulins são, sem dúvida, questionáveis. Os modelos empíricos estão baseados exclusivamente em dados experimentais do processo, porém apresentam algumas limitações, onde destacamos os modelos de LYNCH e RAO (1975), PLITT (1976) e NAGESWARARAO (1995). Já os modelos semiempíricos estão baseados em equações que descrevem alguns princípios básicos do processo, mas demandando ajustes de vários parâmetros empíricos.

Devido principalmente as particularidades que ocorrem, exatamente no processo de desagregação das partículas, que ocorrem no interior do hidrociclone. Porém, a aplicação de alguns desses modelos pode fornecer valiosos subsídios para que outras conclusões possam ser extraídas, quando se foca a classificação das partículas de caulim.

O desenvolvimento de novas técnicas para o beneficiamento de caulim tem levado ao avanço tecnológico e melhorias para um aproveitamento mais eficiente e menos danoso ao meio ambiente. Nos últimos anos, pode ser observado uma tendência nas empresas da utilização de hidrociclones, com objetivo de otimizar a classificação do caulim, retirando da polpa de minério as partículas mais grosseiras de mica e quartzo.

Visto a facilidade de instalação do hidrociclone, o custo relativamente baixo e também a baixa frequência de interrupções da planta por parte de problemas de operação deste equipamento, esse procedimento tem se mostrado bastante comum, tornando o produto um material mais limpo e puro, dando maior valor agregado ao produto final e aumentando os rendimentos das empresas.

A introdução do hidrociclone ainda varia de empresa para empresa, que altera parâmetros de operação e físicos, a depender das características de

produção. De uma maneira geral, utiliza-se o hidrociclone para uma polpa com granulometria já inferior a 60# (Malhas *mesh*). A polpa possui em média 25% de sólidos, para que a mesma não esteja muito viscosa na entrada do hidrociclone. A Figura 1 apresenta o fluxograma de etapas de beneficiamento da empresa JPR Mineração, que já se utiliza de Hidrociclones para gerar três diferentes produtos: Caulim a <100 malhas *mesh*, <200 malhas *mesh* e <325 malhas *mesh*. Em destaque, os rejeitos gerados e o hidrociclone na etapa de beneficiamento:

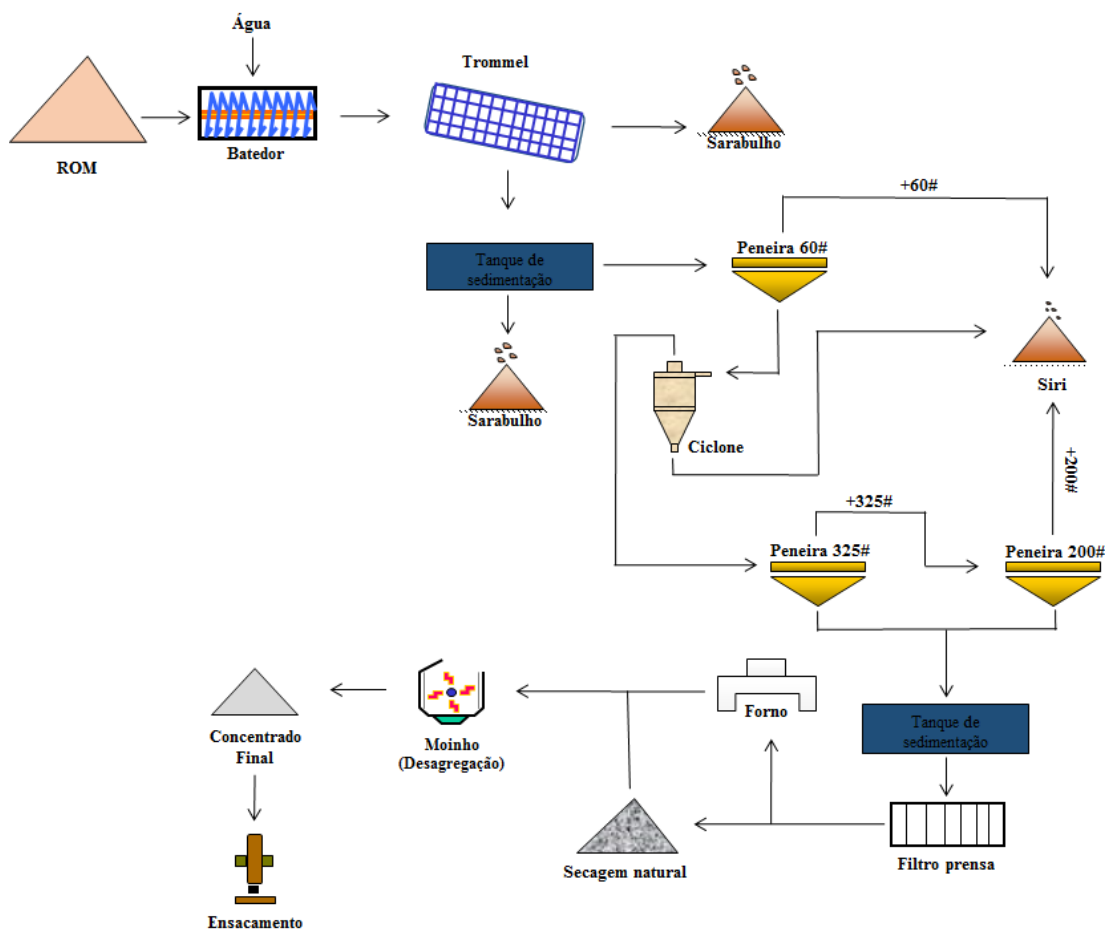


Figura 1: Fluxograma do processo de beneficiamento do caulim na empresa JPR Mineração.

Porém, sabe-se que há uma perda muito elevada mesmo com a utilização de hidrociclones. Todo o material de *underflow* hoje é descartado. Por meio de análises granulométricas, mineralógicas e químicas, pode-se observar que existe uma parcela significativa da caulinita – principal mineral de interesse – sendo perdida num rejeito denominado de “Siri”. Esse rejeito também é rico em mica, e hoje é descartado em grandes pilhas, que causam um impacto ao meio ambiente ainda não dimensionado.

Assim, a partir de análises granulométricas, mineralógicas, imagens de microscópio eletrônico de varredura, análises químicas e ensaios de classificação no ciclone permitirão a caracterização do processo de classificação, bem como viabilizará também o ajuste de alguns parâmetros de controle necessários para otimizar o beneficiamento, minimizando as perdas do mineral no rejeito.

2. OBJETIVOS

OBJETIVO GERAL

O presente trabalho tem como objetivo determinar os parâmetros de maior relevância, para o controle e ajuste do hidrociclone, quando esse equipamento é utilizado no beneficiamento de caulins. Os testes foram realizados *in loco* em uma unidade de beneficiamento, localizada no município de Equador/RN e também em escala de bancada, na unidade do IFPB-Campina Grande. Esses ensaios são capazes de revelar informações importantes, para em uma segunda etapa do trabalho, estabelecer uma comparação entre os resultados obtidos e corroborar os modelos já existentes.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Propor a introdução de hidrociclones no beneficiamento de caulins na região onde o estudo foi realizado, com ampliação para todo o estado da Paraíba e Rio Grande do Norte;
- Caracterização mineralógica do caulim na etapa de beneficiamento, com o intuito de avaliar a eficiência de separação de partículas de caulinita, na fração Overflow do hidrociclone;
- Caracterização granulométrica do caulim visando avaliar a distribuição de tamanhos de partícula nos produtos do Overflow e Underflow, respectivamente;
- Caracterização química do caulim visando avaliar o efeito das variáveis na concentração da caulinita, na fração Overflow do hidrociclone.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 PEGMATITOS

Definição

Segundo JAHNS (1995), o termo pegmatito é usualmente empregado no sentido textural, como “rochas holocristalinas que apresentam, pelo menos em parte, uma granulação muito grosseira, contendo como maiores constituintes minerais encontrados tipicamente em rochas ígneas comuns, mas com a característica de apresentarem extremas variações no que se refere ao tamanho dos grãos”.

Além do aspecto textural (granulação muito grosseira), a designação de “pegmatito” também é aplicada para nomear o corpo de rocha. Em situações mais específicas, para melhor indicar a composição mineralógica, são frequentes os termos: pegmatito granítico, pegmatito granodiorítico, entre outros (VIDAL, 2005).

Os pegmatitos têm composições muito diversas, mas a maioria tem composição granítica, contendo como principais constituintes quartzo, feldspato potássico e sódico, designando-se então de pegmatitos graníticos.

Para VIDAL (2005) um pegmatito de composição granítica é constituído essencialmente por elementos como Si, Al, K, Na e Ca. Entretanto, certos elementos que estão associados nas rochas graníticas podem-se concentrar nos pegmatitos sob a forma de minerais diferenciados, tais como berilo (fonte de Be), amblygonita e espodumênio (fonte de Li), tantalita-columbita (fonte de Nb e Ta), apatita e monazita (P, terras raras, Zr, Th, U.). A possibilidade de tais concentrações torna os pegmatitos, fontes naturais importantes de elementos químicos, os quais são aplicáveis a vários processos industriais.

Classificação

Existem disponíveis na literatura várias classificações de pegmatitos e rochas pegmatíticas. Essas geralmente enfocam seu conteúdo mineralógico e aspectos genéticos. As primeiras classificações agrupavam pegmatitos como rochas graníticas e levavam em consideração a profundidade do alojamento desses magmas e suas relações com o metamorfismo regional (BUDDINGTON, 1959).

A classificação mais utilizada em termos de literatura internacional é a de CERNY'S, 1991, a qual abrange quatro categorias principais de pegmatitos. Essas são:

- a) Pegmatitos abissais - Formados em condições de alta temperatura e alta pressão;
- b) Pegmatitos enriquecidos em moscovita - Alta pressão e baixa temperatura;
- c) Pegmatitos mineralizados em elementos de terras-raras - Baixa temperatura e pressão;
- d) Pegmatitos miarolíticos - Formados em condições muito rasas da crosta continental.

Adicionalmente, esse autor agrupa os pegmatitos mineralizados em terras-raras em dois grandes grupos:

- 1) Pegmatitos do tipo LCT - Mineralizados em lítio, cério e tântalo;
- 2) Pegmatitos do tipo NYF - Mineralizados em nióbio, ítrio e flúor.

Uma síntese das principais condições geológicas desses pegmatitos pode ser observada na Tabela 1:

Tabela 1 - Classificação de pegmatito graníticos.
Fonte: Cerny, 1991.

| AS QUATRO CLASSES DE PEGAMTITO GRANÍTICO (CERNY, 1991) | | | | | | |
|--|---------|---|--|------------------------------------|--|---|
| Classes | Família | Menores Elementos Típicos | Ambiente Metamórfico | Relação ao Granito | Características Estruturais | Exemplos |
| Abissal | - | U,Th, Zr, Nb, Ti, Y, ETD, Mo Mineralização pobre (a moderada) | (Superior a ambligonita) baixo - a alta - P faces graníticas ~4-9kb ~700-800 °C | Nenhum | Adaptáveis a cruz mobilizados - cortando as veias | Era e Hearne Províncias, Sask; Aldan e Anabar Shields, Síberia; Médio Escudo Báltico. |
| Muscovita | - | Li, Be, Y, ETR, Ti, U, Th, Nb>Ta Mineralização pobre (a moderada), micas e minerais cerâmicos | De alto P, faces anfíbolito Barrovia (Cianita - Silimanita) ~5-8kb ~650-580°C | Nenhum | Conformável para transversal | Região do mar branco, URSS; Appalachian province; Rajahstan, Índia. |
| Elementos Terras-Raras | LCT | Li, Rb, Cs, Be, Ga, Nb<, >Ta, Sn, Hf, B, P, F Mineralização pobre a abundante, gemas, minerais industriais | Baixo P-anfíbolito de faces xisto verde superior (andalusita-silimanita) ~2-4kb ~650-500°C | Interior ao marginal para exterior | Conformável para transversal | Campo Yellowknife, NWT; Black Hills, Dakota do Sul; Campo Cat Lake, Manitoba. |
| | NYF | Y, ETR, Ti, U, Th, Zr, Nb> Ta, F Mineralização pobre a abundante, minerais cerâmicos | Variável | Interior ao marginal | Interiores adaptáveis a órgãos exteriores transversais | Liano Co, Texas; Distrito de South Platte, Colorado; Keiv Ocidental, URSS. |
| Miarolítico | NYF | Be, Y, REE, Ti, U, Th, Zr, Nb>Ta, F Mineralização pobre, gemas | Reaso de sub vulvânico ~1-2kb | Interior ao marginal | Interiores e diques transversais | Pikes Peak, Colorado; Batholith Sawtooth, Idaho; Pluton Korosten, Ucrânia. |

3.2 PROVÍNCIA PEGMATÍTICA DA BORBOREMA (PPB)

Geologia Regional

Os pegmatitos encontram-se localizados regionalmente na Província Pegmatítica da Borborema (PPB). Essa província foi definida por ALMEIDA *et al.* (1981) como uma faixa móvel brasileira, limitada ao norte pelo Cráton de São Luís, ao sul pelo Cráton do São Francisco, a oeste pela Bacia do Parnaíba e a leste pelas bacias costeiras. O arcabouço tectônico da Paraíba foi descrito inicialmente por BRITO (1975) como um sistema de dobramentos estruturado no final do Neoproterozóico, formado por uma alternância de faixas metassedimentares, zonas geoanticlinais, maciços medianos, destacando-se ainda extensos lineamentos e grande quantidade de intrusões graníticas.

De acordo com o conhecimento atual dessa província, essa encontra-se dividida em três grandes domínios principais, denominados de Setentrional, Transversal e Meridional, separados pelos lineamentos Patos e Pernambuco (VAN SCHMUS *et al.*, 1995; SANTOS 1996; BRITO NEVES *et al.*, 2000).

Esses três grandes domínios regionais são agrupados em cinco subprovíncias ou geotectônicas: Médio Coreaú, Ceará Central, Rio Grande do Norte, Transversal e Meridional, as quais foram consolidadas pelas revisões de SANTOS e MEDEIROS (1999); BRITO NEVES *et al.* (2000); SANTOS *et al.* (2000) e SANTOS *et al.*, (2015). Segundo esses autores, esses domínios seriam ainda subdivididos em Terrenos tectono-estratigráficos, semelhante à cordilheira oeste dos Estados Unidos.

Os pegmatitos da província estão concentrados em uma área de aproximadamente 11.250 km², no sudeste da Faixa de dobramento do Seridó, localizada nos estados da Paraíba e do Rio Grande do Norte. A Figura 2 ilustra a localização da Província Pegmatítica da Borborema. Aproximadamente 80 % dentre os 750 corpos até então conhecidos são pegmatitos graníticos, encaixados em granada-cordierita e/ou silimanita-biotita-xistos da Formação Seridó. Menos de 10 % são intrudidas nos quartzitos subjacentes. Os corpos

remanescentes estão hospedados por gnaisses e skarns da Formação Jucurutú. (MIRANDA *et al.*, 2012).

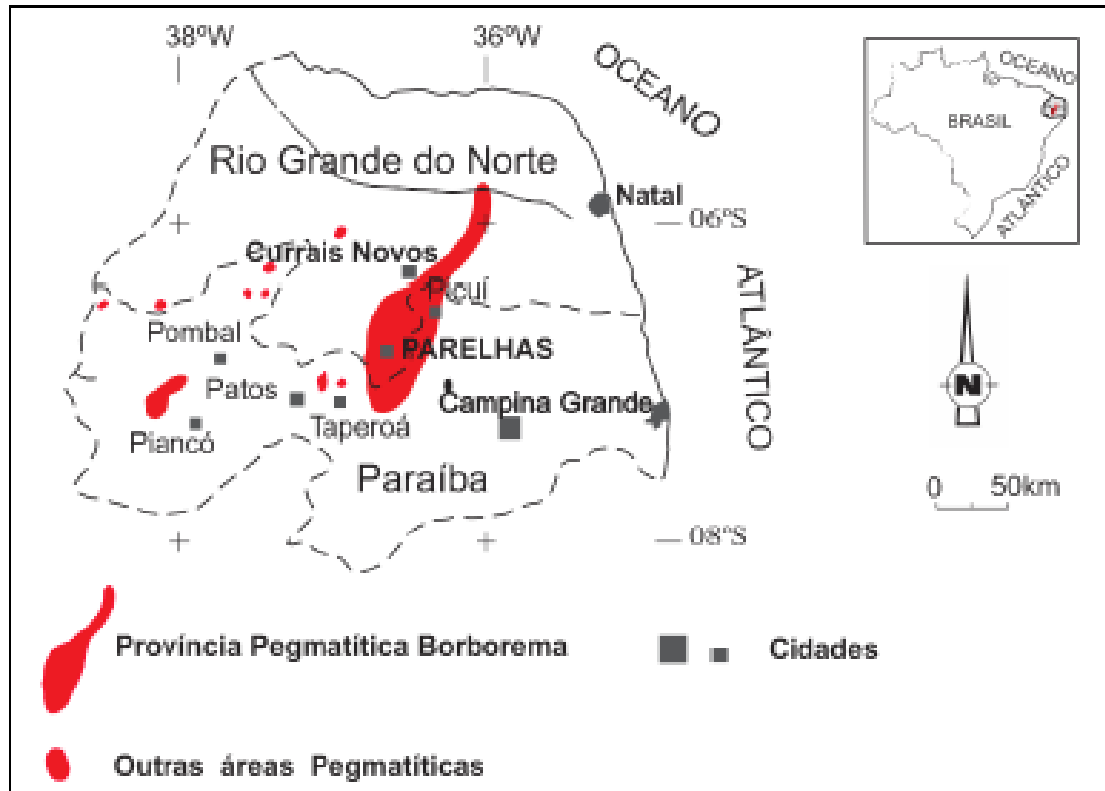


Figura 2: Localização da Província Pegmatítica da Borborema
Fonte: Miranda *et al.*, 2012.

Os pegmatitos da Província Pegmatítica da Borborema possuem alta resistência à erosão, enquanto que as rochas encaixantes se desgastam mais rapidamente sob ação do intemperismo. Essa maior resistência causa que a erosão dos pegmatitos se dê de forma lenta, enquanto que as rochas circunvizinhas se deem de forma mais acelerada, permitindo que muitos desses pegmatitos, se encontrem destacados tipograficamente e possam ser lavrados a céu aberto (DA SILVA *et al.*, 1995). Os pegmatitos são corpos tabulares, com comprimento variando de dezenas a centenas de metros de comprimento e larguras de metros a dezenas de metros.

Normalmente os pegmatitos estão inseridos em rochas metamórficas e podem conter importantes minerais, como: columbita-tantalita, berilo, turmalina,

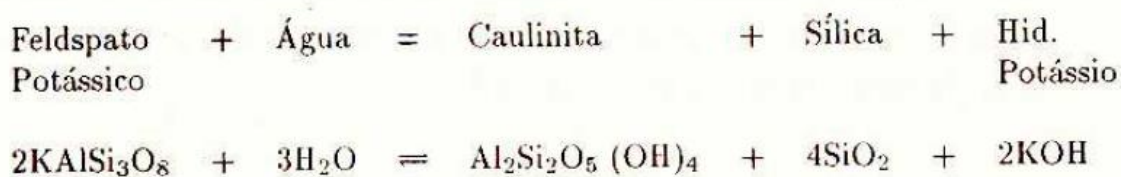
feldspatos, entre outros. A maioria dos pegmatitos da região é bastante homogênea, mas ocasionalmente ocorre zoneamento.

OCORRÊNCIAS DE CAULINS

Caulim primário

O caulim primário é resultante da alteração de rochas *in situ*, devido principalmente à circulação de fluidos quentes provenientes do interior da crosta, da ação de emanções vulcânicas ácidas ou da hidratação de um silicato anidro de alumínio. Os caulins primários são classificados por BRISTOW (1987b) em: intemperizados, hidrotermais e solfataras.

O caulim do tipo intemperizado ocorre em regiões de clima tropical (quente e úmido), onde as condições físico-químicas são propícias para a alteração dos feldspatos e de outros alumino-silicatos, presentes em granitos e rochas metamórficas. O processo de caulinização de uma rocha ocorre devido à hidratação de um silicato anidro de alumínio, seguida de remoção de álcalis, conforme mostrado a seguir. A caulinita forma-se pela alteração de feldspato-potássico nos pegmatitos (LUZ, 1993).



Os principais depósitos desse tipo de caulim encontram-se na Criméia (Ucrânia), Galícia (Espanha) e no Brasil, nos municípios de Mogi das Cruzes (SP) e Equador (RN).

O caulim do tipo hidrotermal é formado pela alteração da rocha a partir da circulação de fluidos quentes, provenientes do interior da crosta. Nesse caso é necessário que a rocha apresente porosidade e permeabilidade adequadas. As principais ocorrências desse tipo de depósito estão localizadas em Saint Austell

e Cornwall na Inglaterra, Maungaparerua (Nova Zelândia), Suzhou e Shanghai (China), entre outros (MURRAY e KELLER, 1993).

O caulim do tipo Solfataras é formado pela alteração de rochas a partir da ação de emanções vulcânicas ácidas, constituídas de vapores d'água, ricos em enxofre. Esse tipo de depósito ocorre em áreas periféricas de Roma na Itália (MURRAY e KELLER, 1993).

Caulim secundário

Esses caulins são formados pela deposição de sedimentos em ambientes lacustres, lagunares ou deltaicos. As diferentes origens geológicas do caulim resultam em diferenças notáveis na composição mineralógica (SOUZA SANTOS, 1975).

Normalmente, os caulins secundários apresentam menores proporções de quartzo e mica, mas apresentam uma maior presença de minerais contaminantes de óxidos de ferro e titânio, responsáveis pela alteração de sua cor branca original (BRISTOW, 1987^a).

CAULIM NA PROVÍNCIA PEGMATÍTICA DA BORBOREMA

Na região compreendida entre os municípios do Junco do Seridó/PB e Equador/RN ocorrem diversos depósitos de caulins associados à alteração de pegmatitos (SILVA e DANTAS, 1997).

Os depósitos de caulins da província Borborema-Seridó são extraídos, na maioria das vezes, sem um estudo prévio da pesquisa mineral das ocorrências para desenvolvimento de lavra, nem das condições geológicas de formação dos depósitos. A ausência de conhecimento sobre a geologia dos depósitos da região e de tecnologias de lavra e beneficiamento acarretam, entre outros problemas, perdas significativas da caulinita.

O caulim da PPB é de origem primária encontrando-se associado aos minerais como quartzo, feldspato e moscovita. A fração menor que 0,037 mm corresponde, aproximadamente, a 47 % em massa, da alimentação que vá para

o beneficiamento. As suas principais impurezas são os óxidos de ferro que são, principalmente, a hematita e a magnetita (DA SILVA, 2008).

A Figura 3 mostra a localização geográfica de depósitos de caulins nos municípios do Junco do Seridó/PB e Equador/RN, entre elas a ocorrência de “Galo Branco”, e também de algumas unidades de beneficiamento desse recurso mineral.

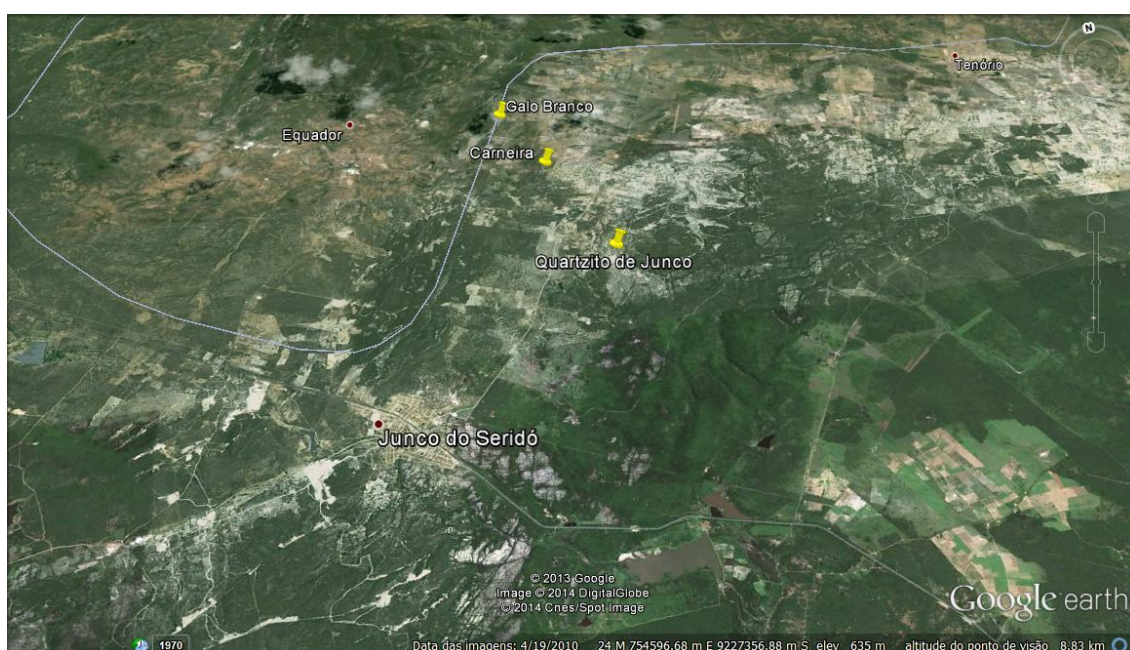


Figura 3. Mapa da região do Seridó: em destaque, a região entre as cidades de Junco do Seridó e Equador.

Fonte: Google Earth, 2015

Principais Propriedades da Caulinita

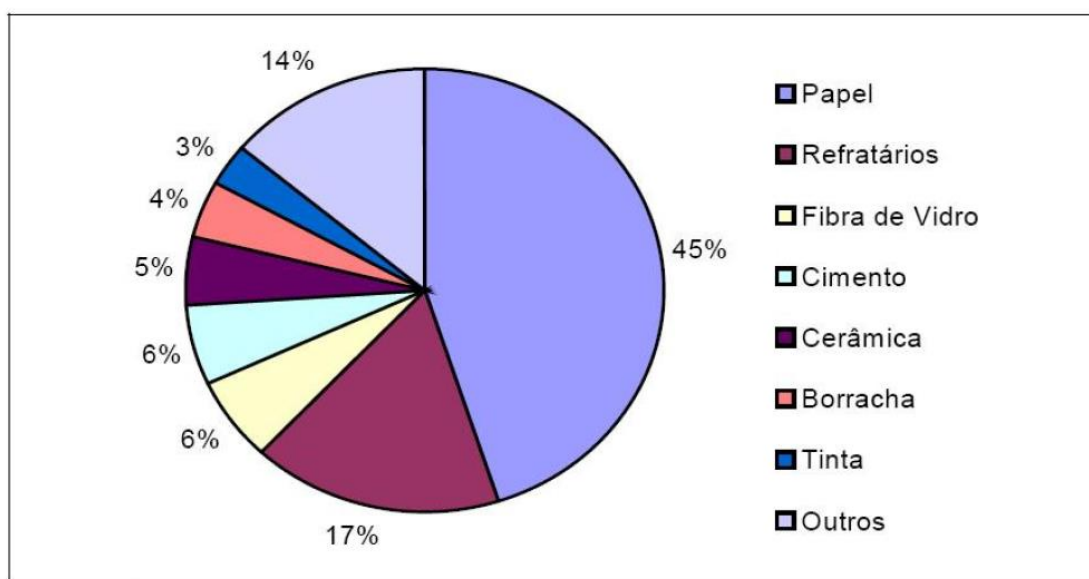
- ▶ Inerte quimicamente em uma ampla faixa de pH (3 a 9);
- ▶ Coloração branca ou quase branca, já que possui alvura elevada;
- ▶ Macio e pouco abrasivo;
- ▶ Capacidade de cobertura quando usado como pigmento e reforçador para as aplicações de carga;

- ▶ Fácil dispersão;
- ▶ Baixa condutividade térmica e elétrica;
- ▶ Compatibilidade com praticamente todos os adesivos (proteína, caseína), devido à dispersão e inércia química;
- ▶ Preço competitivo em relação aos materiais alternativos.

Principais Aplicações

A Figura 4 representa os principais usos industriais do caulim, destacando-se que, o uso como carga na fabricação do papel é atualmente a sua principal aplicação (CETEM, 2000).

Diagrama Ilustrativo dos Principais usos industriais do caulim.



Fonte: ROSKIL, 1996 *apud* LUZ e CHAVES, 2000.

Figura 4 – Principais aplicações industriais do caulim.

Fonte: CETEM, 2000

3.3 LAVRA E BENEFICIAMENTO

Os depósitos de caulins da província pegmatítica Borborema-Seridó são lavrados há várias décadas, de maneira artesanal, com características, usualmente, predatórias. No Junco do Seridó, o caulim é lavrado nos veios pegmatíticos, por pequenos mineradores locais, designados de “visgos”. O

caulim é retirado manualmente com equipamentos simples, colocado em áreas a céu aberto e depois transportado em caminhões basculantes, para a unidade de beneficiamento.

A lavra é realizada com pouco ou sem acompanhamento técnico adequado, acarretando, dessa forma, em riscos à segurança dos próprios mineradores, em função da abertura de poços e galerias para alcançar os veios de caulim.

Em alguns casos, o caulim é lavrado por meio de máquinas tipo escavadeiras, abrindo cavidades no solo, que modificam consideravelmente a paisagem natural. Essa lavra semimecanizada é realizada geralmente por pequenas empresas de mineração, localizadas na região.

Em relação à composição mineralógica, os caulins ocorrem associados a várias impurezas minerais, não atendendo, às especificações do mercado. As principais impurezas, como óxidos de ferro e titânio, mica e feldspato, influenciam diretamente na cor e alvura do caulim comprometendo sua qualidade (LUZ e DAMASCENO, 1993). Para garantir melhor qualidade é necessário realizar operações de beneficiamento, as quais vão depender do uso a que se destina. Existem dois processos de beneficiamento; via seca e via úmida.

O beneficiamento a seco é simples, e consiste principalmente de britagem, pulverização e classificação. É aplicado para caulins que, de certa forma, já possuem qualidade e alvura, distribuição granulométrica e pequena proporção de quartzo. Como a maioria dos caulins, no estado natural, não possuem esses pré-requisitos, o seu beneficiamento é realizado na via úmida (LUZ, 1993).

A Figura 5 mostra o fluxograma do processamento de caulim, via úmida, adotado por empresas de mineração de grande porte, a exemplo daquelas localizadas no Estado do Pará. O beneficiamento a úmido, consta das etapas de dispersão, desareamento, classificação granulométrica em hidrociclone ou centrífuga, separação magnética, floculação seletiva, alveamento químico, filtração e secagem (MONTE *et al.*, 2001).

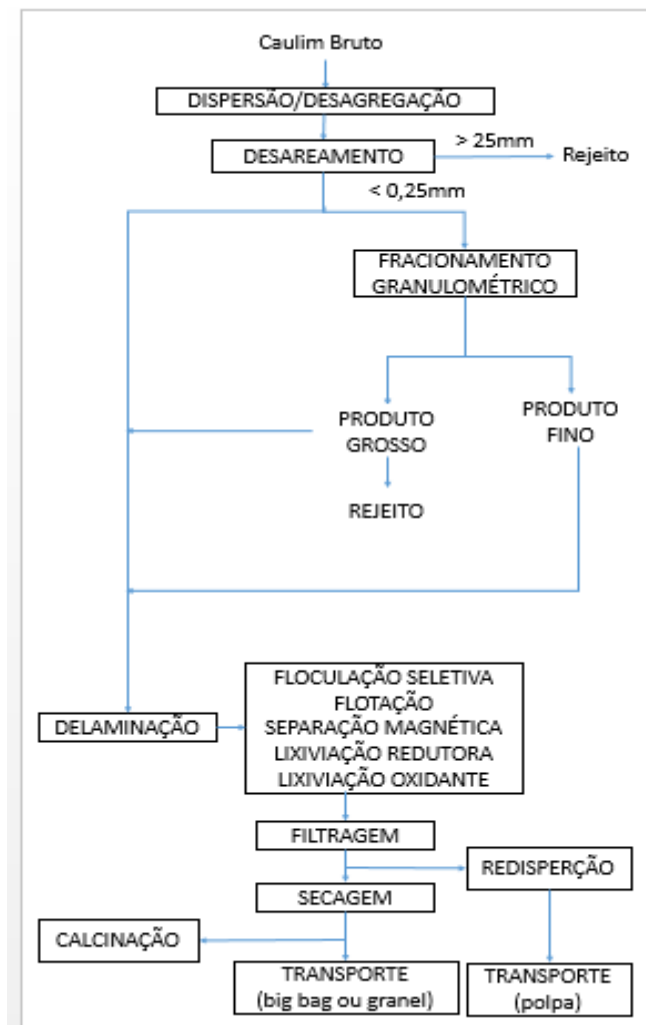


Figura 5: Fluxograma do Processo do Beneficiamento do Caulim adotado por empresas de grande porte. Fonte: DA LUZ, 2005.

O processo de beneficiamento do caulim usualmente realizado na região do Junco do Seridó e Equador é mostrado na Figura 6. Na primeira fase do processo, o minério é passado no “batedor”, onde o caulim bruto misturado com água é desagregado. Em seguida, a polpa passa pelas peneiras de 350 malhas ou de 200 malhas conforme a finura do produto final desejado. As frações retidas nas peneiras são retiradas e separadas como rejeito e, a seguir, o caulim com alta umidade segue para os tanques de decantação. Na sequência, o material decantado é conduzido aos filtros prensa, e a água separada nos tanques retorna ao processo produtivo, sendo direcionada ao batedor onde será reutilizada na desagregação do caulim.

Dos filtros prensa, o concentrado de caulim (tortas) segue para a secagem que pode ser de duas formas: secagem natural (ao sol) ou no forno a lenha, dependendo das condições meteorológicas. O material já seco segue para a pulverização e posteriormente para o ensacamento e transporte. Os rejeitos gerados de cada fase do processo são colocados a céu aberto em área próxima ao local onde foram gerados.



Figura 6: Fluxograma típico do processo de beneficiamento do caulim adotado por pequenas empresas nos Estados da Paraíba e Rio Grande do Norte.
Fonte: LIMA, 2010.

A seguir são mostradas imagens do processo de beneficiamento do caulim em algumas unidades localizadas na região do Junco do Seridó. Na Figura 7, podemos observar os tanques de decantação, por onde o caulim já classificado passa pela etapa de decantação, com o objetivo de reduzir a porcentagem de água e posterior secagem.

Após a decantação, a polpa passa por um filtro prensa (Figura 8), com o objetivo de reduzir ainda mais a porcentagem de água, formando assim “tortas” com o minério concentrado. Essa secagem pode ser realizada de duas maneiras diferentes: ao ar livre, onde as tortas secam pela ação do vento e do sol, ou em fornos a lenha (Figura 9), onde o processo é mais rápido, porém, com um consumo energético (utilização de lenha) muito maior. O processo de secagem por fornos a lenha também resulta na geração de um resíduo da queima da lenha

(fuligem), capaz de contaminar o caulim, prejudicando assim a sua qualidade e alvura.



Figura 7: Tanques de decantação do caulim – Mineração São João
Fonte: Autor, 2015.



Figura 8: Filtro prensa utilizado na filtração e confecção das tortas – Mineração JM Silva (Autor, 2015).



Figura 9: Secagem do concentrado de caulim em fornos a lenha – Mineração São João. (Autor, 2015).

Atualmente observa-se uma tendência de evolução tecnológica no beneficiamento de caulins na região, com a utilização de hidrociclones para a classificação do minério. Essa inovação é muito recente e ainda há pouca experiência sobre a utilização desse equipamento na região – apenas duas empresas utilizam tal tecnologia - porém os resultados já são perceptíveis. As unidades de beneficiamento que o utilizam se destacam daquelas que não o aplicam por apresentar uma maior produção e um produto de melhor qualidade.

3.4 ASPECTOS TEÓRICOS DA CLASSIFICAÇÃO EM HIDROCICLONE

Um hidrociclone consiste de uma parte cilíndrica seguida de uma parte cônica que possui, em seu vértice, uma abertura, denominada *apex*, pela qual descarrega o *underflow*. A alimentação é introduzida tangencialmente à seção cilíndrica, onde há um tubo coaxial denominado *vortex finder*, pelo qual é descarregado o *overflow* (CARRISSO, 2004).

A energia potencial armazenada na polpa, em razão do bombeamento é transformada em energia cinética, e devido à geometria do hidrociclone, essa produz um movimento rotacional da polpa. As partículas de diâmetros maiores

tendem a ocupar as regiões mais periféricas do cilindro e, conseqüentemente, do cone. As partículas de diâmetros menores são deslocadas para a região central do hidrociclone. Dessa forma, a região próxima à parede do hidrociclone é ocupada, preferencialmente, por polpa com predominância de partículas grosseiras e a região central, por polpa com predominância de partículas finas (KELLY, 1982).

Na região central do hidrociclone, na qual ocorre a mudança da seção cilíndrica para a cônica, o sentido do escoamento é invertido. Nessa seção cônica ocorre o estrangulamento no *apex* do cone, fazendo com que a maior parte do fluxo, com menor quantidade de partículas, seja descarregado no orifício oposto, o *vortex finder*, de diâmetro relativamente maior que o do *apex*. Isso possibilita a classificação, pois a polpa da região central, descarregada pelo *overflow*, contém uma população relativamente maior de partículas finas comparada àquela descarregada pelo *underflow* (SAMPAIO, 2007).

A Figura 10 mostra detalhes das partes do hidrociclone.

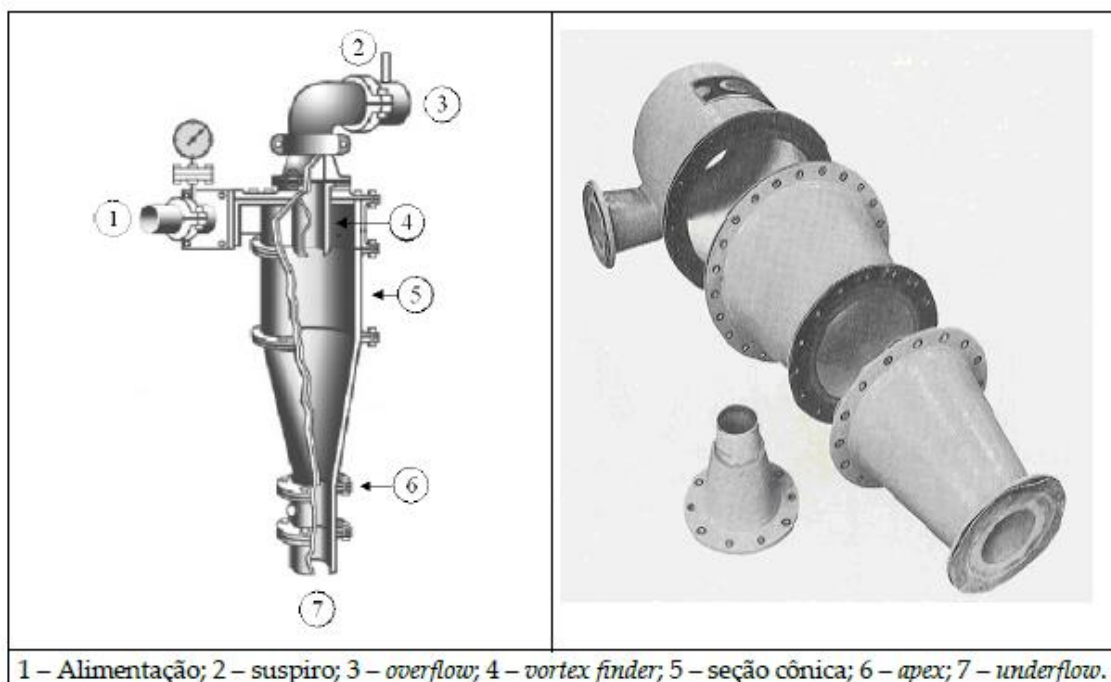


Figura 10: Esquema dos componentes de um hidrociclone.
Fonte: Sampaio, 2007

INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS FÍSICOS (SAMPAIO, 2007)

Diâmetro do hidrociclone - Na prática, o diâmetro de corte é determinado pelas dimensões do hidrociclone. Quanto maior o diâmetro do hidrociclone, maior será o corte granulométrico da classificação, porque esses equipamentos proporcionam menor aceleração às partículas, isto é, a força de aceleração é inversamente proporcional ao diâmetro do hidrociclone.

Área do injetor (AI) - Determina a velocidade de entrada e, conseqüentemente, a velocidade tangencial, que também varia com o raio da seção cilíndrica. No dimensionamento do hidrociclone é comum usar, para cálculo da área do injetor (AI) de um hidrociclone com diâmetro D , a equação:

$$(AI) = 0,05 D^2$$

Altura da seção cilíndrica e ângulo de cone - São os parâmetros que afetam o tempo de residência da polpa no hidrociclone. É comum, o uso da altura da seção cilíndrica H igual ao seu diâmetro D . O aumento de H eleva o tempo de residência e, em consequência, se obtém uma classificação mais fina.

Para um hidrociclone com seção cilíndrica de diâmetro fixo, a diminuição do ângulo da seção cônica aumenta o comprimento da seção cilíndrica, induzindo um aumento do tempo de residência. Nesse caso, a classificação também será mais fina.

Diâmetro e altura do *vortex finder* - O diâmetro do *vortex finder* situa-se entre 35 e 40 % do diâmetro interno do hidrociclone, entretanto não se trata de uma regra absoluta. As dimensões desse parâmetro exercem uma influência significativa sobre a: a) eficiência da classificação e capacidade (kg/h) do hidrociclone; e b) pressão, cujo valor pode reduzir ou aumentar.

Para um mesmo hidrociclone, acréscimos no diâmetro do *vortex finder* provocam também acréscimos no diâmetro de corte de classificação e na percentagem de sólidos no *overflow*.

Diâmetro do *apex* - O aumento do diâmetro do *apex* diminui o diâmetro de classificação. A relação inversa é mais limitada, visto que as partículas maiores só podem ser descarregadas pelo *apex*. Se o diâmetro do *apex* for muito pequeno, deverá ocorrer um acúmulo de material grosso no cone, aguardando

a sua descarga. Consequentemente, partículas que já foram rejeitadas pelo *vortex finder* podem retornar e serão descarregadas, o que aumentará o diâmetro da classificação granulométrica.

Na Figura 11, pode-se observar que o fluxo de descarga pode informar sobre a correta configuração do hidrociclone. A descarga em cordão do Hidrociclone denota uma sobrecarga no *apex* com partículas grossas, ou seu estrangulamento. Nessa situação, essas partículas são forçadas a sair pelo *overflow* prejudicando assim a eficiência da classificação. Já o fluxo de descarga em forma de guarda-chuva é característico de um fluxo muito aberto. Pode-se considerar uma operação eficiente do hidrociclone, quando o mesmo apresenta um fluxo de descarga no *underflow* na forma de um cone de ângulo pequeno, ou chuveiro.

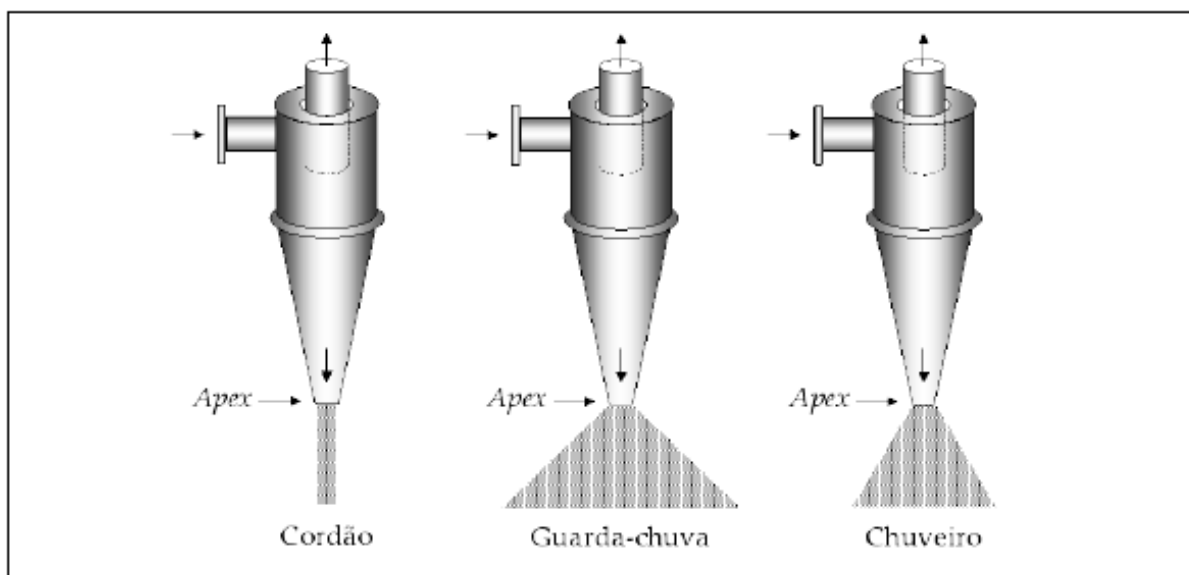


Figura 11 – Esquemas de tipos de descarga do underflow do hidrociclone.
Fonte: Sampaio, 2007

INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS OPERACIONAIS (SAMPAIO, 2007)

Os parâmetros operacionais são aqueles que o operador pode modificar por razões diversas, decorrentes, em muitos casos, das peculiaridades inerentes à pesquisa realizada e/ou operação. Aquelas mais importantes à operação dos hidrociclones serão discutidas neste trabalho e constam da relação a seguir:

Porcentagem de sólidos na alimentação - O aumento desse parâmetro tende a aumentar o diâmetro de corte. Assim, quanto maior o seu valor, as partículas mais grosseiras enfrentarão mais obstáculos para atravessar a zona de partículas mais finas e se distribuem na zona de centrifugação. O controle da porcentagem de sólidos é realizado pelo operador, primeiro, medindo o valor dessa variável com auxílio de uma balança Marcy, ou com procedimentos operacionais para medidas mais confiáveis.

Granulometria da alimentação - Essa variável determina a relação entre as frações retida e passante na malha de classificação, ou seja, os sólidos residuais no *overflow*, que influenciarão no diâmetro de classificação. As medidas das porcentagens de sólidos são realizadas para os fluxos da alimentação, *overflow* e *underflow*. Também devem ser determinadas as vazões de polpa dos três fluxos.

Pressão da alimentação - Na prática, aumenta-se a pressão quando a velocidade de rotação (rpm) da bomba é elevada. O aumento da pressão provoca um acréscimo na capacidade (kg.h^{-1}) do hidrociclone, que implicará no aumento da velocidade tangencial e, por consequência, estende o mesmo efeito à velocidade angular. O resultado é um campo centrífugo com maior intensidade. Portanto, prover maior valor à pressão de alimentação significa oferecer maior chance de decantação centrífuga às partículas menores, diminuindo o diâmetro de corte.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Os ensaios de classificação foram realizados na unidade de beneficiamento da empresa JPR Mineração em Equador-RN e as análises no laboratório de Tratamento de Minérios da UFCG e no CETEM - Centro de Tecnologia Mineral - Rio de Janeiro.

Em uma outra etapa do trabalho foram realizados ensaios em escala de bancada, utilizando os laboratórios do IFPB-Campina Grande, que dispõe de um hidrociclone para classificação de partículas e as análises foram realizadas no CRTI – Centro Regional para Desenvolvimento Tecnológico e Inovação em Goiânia.

4.1 ENSAIOS DE CLASSIFICAÇÃO EM UNIDADE DE BENEFICIAMENTO

Nessa etapa, foram realizados 53 testes de classificação na unidade de beneficiamento da JPR Mineração. A Figura 12 mostra o hidrociclone utilizado para realização dos ensaios de onde foram coletadas amostras para serem analisadas.



Figura 12: Hidrociclone da Unidade de Beneficiamento da JPR Mineração
Fonte: Autor, 2015

Os parâmetros de pressão, vazão e diâmetro do *apex* foram modificados a cada ensaio para se obter dessa maneira diferentes situações de controle, e assim determinar as melhores condições de operação. Estas condições são aquelas onde ocorre uma melhor partição granulométrica, aliado a uma boa eficiência na classificação, levando para o overflow apenas as partículas com granulometrias menores que 200 malhas. Os ensaios foram realizados com porcentagens de sólidos de 22,0 % e granulometria de alimentação < 60 malhas (0,250 mm), mesmas condições usadas no processo industrial pela empresa.

Em um dos ensaios realizados, a pressão de alimentação do hidrociclone variou nos valores de 0,50 e 0,55 kgf.cm⁻². Os valores de abertura do *apex* utilizados nos ensaios variaram entre 12 e 16 mm de diâmetro. Para o controle da vazão, foi instalada uma válvula tipo agulha que restringia o fluxo parcialmente variando assim a vazão de alimentação. A Figura 13 representa esquematicamente o arranjo de equipamentos utilizados nos ensaios de classificação.



Figura 13: Arranjo de equipamentos e acessórios utilizados para a realização dos ensaios Fonte: Autor, 2015.

4.1.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Todas as amostras coletadas na unidade de beneficiamento da empresa foram condicionadas em volumes de 1.000 mL, etiquetadas e pesadas, com objetivo de determinação da porcentagem de sólidos. Posteriormente foram homogeneizadas, para retirada de uma alíquota (aproximadamente 100 mL), que foi levada para uma estufa para secagem a 90 °C. Depois foram embaladas

e condicionadas à temperatura ambiente. Cada amostra continha entre 10 a 20 gramas do material. Esses procedimentos foram realizados para minimizar a contaminação por outros minerais e manter as características das amostras.

Nas instalações do CETEM-RJ foi realizada uma homogeneização e quarteamento de cada amostra. Nessa etapa, três partes do todo foram selecionadas: uma para análise granulométrica, uma para difração de raios-X e outra para a análise química por fluorescência de Raios-X. O quarteamento foi realizado em um *Rotary Micro Riffler* da marca Quantachrome (Figura 14).



Figura14: Quarteador utilizado para a separação das amostras.
Fonte: Autor, 2015

4.1.2 ENSAIOS DE GRANULOMETRIA

Os ensaios de granulometria foram realizados em um granulômetro *Malvern Instruments*, e os dados processados pelo programa *Mastersizer 2000*. Todas as 53 amostras foram analisadas nesse equipamento (Figura 15).



Figura 15: Granulômetro Malvern
Fonte: Autor, 2015

No ensaio, uma pequena quantidade foi retirada da amostra, diluída e homogeneizada num béquer sobre um agitador magnético. Algumas das amostras passaram por um agitador ultrassônico, antes do agitador magnético, por 2 min, para desagregar as partículas. Uma pequena porção do béquer era retirada com uma seringa para que seja acondicionada no equipamento. O resultado gerou a curva de frequência acumulada e uma tabela de dados.

4.1.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Para a realização dos ensaios de difração de raios-X foram selecionadas 11 amostras. Para esses ensaios, a amostra foi preparada numa granulometria $< 0,105$ mm, foi prensada para obtenção de uma pastilha, a qual foi usada para análise no equipamento.

Os ensaios de difração de raios-X foram realizados num equipamento D4 Endeavor. Para tanto, o material foi desagregado e cominuído à uma fração inferior a 200 malhas, em grau de água a seco. Para auxiliar a interpretação dos dados, foi utilizado um banco de dados, e o aplicativo EVA (Figura 16).



Figura 16: Difratorômetro de Raios-X
Fonte: Autor, 2015

4.1.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.

Nos ensaios de Microscopia Eletrônica de Varredura, foram analisadas 5 (cinco) amostras: uma da alimentação, duas amostras do *underflow* e duas amostras do *overflow*. Para tanto, as amostras foram metalizadas com ouro em

um metalizador *Sputter Coater* BAL-TEC SCD005, que utilizava gás argônio no processo de metalização (Figura 17). O Microscópio utilizado foi um TM3030 PLUS TABLETOP MICROSCOPE HITACHI. O mesmo utiliza acoplado um sistema EDS da BRUKER de modelo QUANTAX 70 (Figura 18).



Figura 17: Metalizador utilizado para a preparação de amostras
Fonte: Autor, 2015



Figura 18: Microscópio Eletrônico de Varredura HITACHI
Fonte: Autor, 2015.

4.2 ENSAIOS DE CLASSIFICAÇÃO EM BANCADA

Na continuação do trabalho foram realizados ensaios em escala piloto com o hidrociclone. Nessa situação foi possível controlar os parâmetros operacionais, além de poder os variar. Os parâmetros estudados foram pressão de alimentação da polpa, vazão de alimentação e a abertura do ápex. Em comparação aos ensaios realizados em unidade de beneficiamento, os testes em bancada, permitiram um melhor controle e explorar numa escala mais abrangente os diversos parâmetros.

A Figura 19 mostra o hidrociclone bem como os seus principais acessórios:



Figura 19: Hidrociclone utilizado para testes de bancada no IFPB- Campina Grande

As análises das amostras obtidas nos ensaios em bancada foram realizadas no CRTI em Goiânia. Entre elas Difração de Raios-X (DRX), Fluorescência de Raios-X (FRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). No Anexo deste documento se detalham os procedimentos adotados para cada uma das análises realizadas.

4.2.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Os ensaios de DRX foram realizados em um difratômetro *Bruker D8 Discover*. Para identificação dos argilominerais, foi necessária uma preparação que envolveu métodos de separação granulométrica, glicolagem e aquecimento, respectivamente.

4.2.2 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X

Inicialmente as amostras foram secadas em estufa a 105 °C por 12 horas. As medidas de FRX foram realizadas em um espectrômetro *WDS Bruker S8 Tiger*, equipado com tubo de Rh. A calibração foi realizada com o pacote *GeoQuant M* da Bruker composto por padrões de rochas e minerais naturais.

4.2.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As análises composicionais foram realizadas através de espectroscopia de energia dispersiva (EDS), com um detector de raios-X Oxford Instruments X-MaxN, acoplado a um microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM-IT300. As micrografias foram obtidas a partir dos detectores de elétrons secundários e elétrons retroespalhados.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CLASSIFICAÇÃO EM UNIDADE DE BENEFICIAMENTO

A Tabela 2 apresenta a relação dos 52 ensaios de classificação realizados com variação dos diferentes parâmetros operacionais: abertura do apex, pressão de alimentação e fluxo (vazão) de alimentação da polpa.

No ensaio nº 1 foi coletada uma amostra no fluxo de alimentação do ciclone. Nos ensaios nº 2, 3, 4, e 5 foram mantidos constantes a pressão de alimentação ($0,55 \text{ kgf.cm}^{-2}$) e a vazão de alimentação (válvula aberta) e foi variada a abertura do ápex em 12, 14, 15, e 16 mm, respectivamente. As amostras desses ensaios foram coletadas no fluxo do underflow do ciclone. Nesses mesmos ensaios foram coletadas amostras no overflow do ciclone, registradas na tabela com o nº 27, 28, 29 e 30.

Nos ensaios nº 17, 18, 19, 20 e 21 foram mantidos constantes a pressão de alimentação ($0,50 \text{ kgf.cm}^{-2}$) e a vazão de alimentação (válvula aberta) e foi variada a abertura do ápex em 12, 14, 14,5, 15, e 16 mm, respectivamente. As amostras desses ensaios foram coletadas no fluxo do underflow do ciclone. Nesses mesmos ensaios foram coletadas amostras no overflow do ciclone, registradas na tabela com o nº 42, 43, 44, 45 e 46.

As condições operacionais de outros ensaios realizados encontram-se registradas nessa tabela. As amostras coletadas na alimentação, no underflow e no overflow foram analisadas no granulômetro para obtenção das curvas e tabelas de distribuição granulométrica.

TABELA 2: Ensaios de classificação realizados no hidrociclone em unidade industrial e suas respectivas condições de operação

| AMOSTRA Nº | CONDIÇÕES OPERACIONAIS (Pressão, abertura do apex, descarga, vazão) |
|------------|--|
| 1 | Alimentação |
| 2 | 0,55kgf·cm ⁻² , apex 14mm, underflow, válvula aberta |
| 3 | 0,55kgf·cm ⁻² , apex 15mm, underflow, válvula aberta |
| 4 | 0,55kgf·cm ⁻² , apex 16mm, underflow, válvula aberta |
| 5 | 0,55kgf·cm ⁻² , apex 12mm, underflow, válvula aberta |
| 17 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 14mm, underflow, válvula aberta |
| 18 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 15mm, underflow, válvula aberta |
| 19 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 16mm, underflow, válvula aberta |
| 20 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 12mm, underflow, válvula aberta |
| 21 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 14,5mm, underflow, válvula aberta |
| 100 | 0,5kgf·cm ⁻² , apex 12mm, underflow, válvula aberta |
| 102 | 0,5kgf·cm ⁻² , apex 12mm, underflow, válvula ¼ |
| 104 | 0,5kgf·cm ⁻² , apex 12mm, underflow, válvula 2/4 |
| - | -- |
| 107 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 14mm, underflow, válvula aberta |
| 109 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 14mm, underflow, válvula ¼ |
| 111 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 14mm, underflow, válvula 2/4 |
| 113 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 14mm, underflow, válvula ¾ |
| 115 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 16mm, underflow, válvula aberta |
| 117 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 16mm, underflow, válvula ¼ |
| 119 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 16mm, underflow, válvula 2/4 |
| 121 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 16mm, underflow, válvula ¾ |
| 123 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 14.5mm, underflow, válvula aberta |
| 125 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 14.5mm, underflow, válvula ¼ |
| 127 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 14.5mm, underflow, válvula 2/4 |
| 129 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 14.5mm, underflow, válvula ¾ |
| 131 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 15mm, underflow, válvula aberta |
| 133 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 15mm, underflow, válvula ¼ |
| 135 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 15mm, underflow, válvula 2/4 |
| 137 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 15mm, underflow, válvula ¾ |

| AMOSTRA N° | CONDIÇÕES OPERACIONAIS (Pressão, abertura do apex, descarga, vazão) |
|------------|--|
| 27 | 0,55kgf·cm ⁻² , apex 14mm, overflow, válvula aberta |
| 28 | 0,55kgf·cm ⁻² , apex 15mm, overflow, válvula aberta |
| 29 | 0,55kgf·cm ⁻² , apex 16mm, overflow, válvula aberta |
| 30 | 0,55kgf·cm ⁻² , apex 12mm, overflow, válvula aberta |
| 42 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 14mm, overflow, válvula aberta |
| 43 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 15mm, overflow, válvula aberta |
| 44 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 16mm, overflow, válvula aberta |
| 45 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 12mm, overflow, válvula aberta |
| 46 | 0,50kgf·cm ⁻² , apex 14,5mm, overflow, válvula aberta |
| 101 | 0,5kgf·cm ² , ápex 12mm, overflow, válvula aberta |
| 103 | 0,5kgf·cm ² , ápex 12mm, overflow, válvula ¼ |
| 105 | 0,5kgf·cm ² , ápex 12mm, overflow, válvula 2/4 |
| 106 | -- |
| 108 | 0,50kgf·cm ² , ápex 14mm, overflow, válvula aberta |
| 110 | 0,50kgf·cm ² , ápex 14mm, overflow, válvula ¼ |
| 112 | 0,50kgf·cm ² , ápex 14mm, overflow, válvula 2/4 |
| 114 | -- |
| 116 | 0,50kgf·cm ² , ápex 16mm, overflow, válvula aberta |
| 118 | 0,50kgf·cm ² , ápex 16mm, overflow, válvula ¼ |
| 120 | 0,50kgf·cm ² , ápex 16mm, overflow, válvula 2/4 |
| 122 | -- |
| 124 | 0,50kgf·cm ² , ápex 14.5mm, overflow, válvula aberta |
| 126 | 0,50kgf·cm ² , ápex 14.5mm, overflow, válvula ¼ |
| 128 | 0,50kgf·cm ² , ápex 14.5mm, overflow, válvula 2/4 |
| 130 | -- |
| 132 | 0,50kgf·cm ² , ápex 15mm, overflow, válvula aberta |
| 134 | 0,50kgf·cm ² , ápex 15mm, overflow, válvula ¼ |
| 136 | 0,50kgf·cm ² , ápex 15mm, overflow, válvula 2/4 |
| 138 | -- |

A Figura 20 representa a porcentagem acumulada (%) versus a granulometria em micrômetros (μm) da alimentação. Os resultados foram obtidos a partir da frequência relativa em tabela de dados. Os gráficos de frequência acumulada foram plotados com a ajuda de *softwares* Excel e Origin.

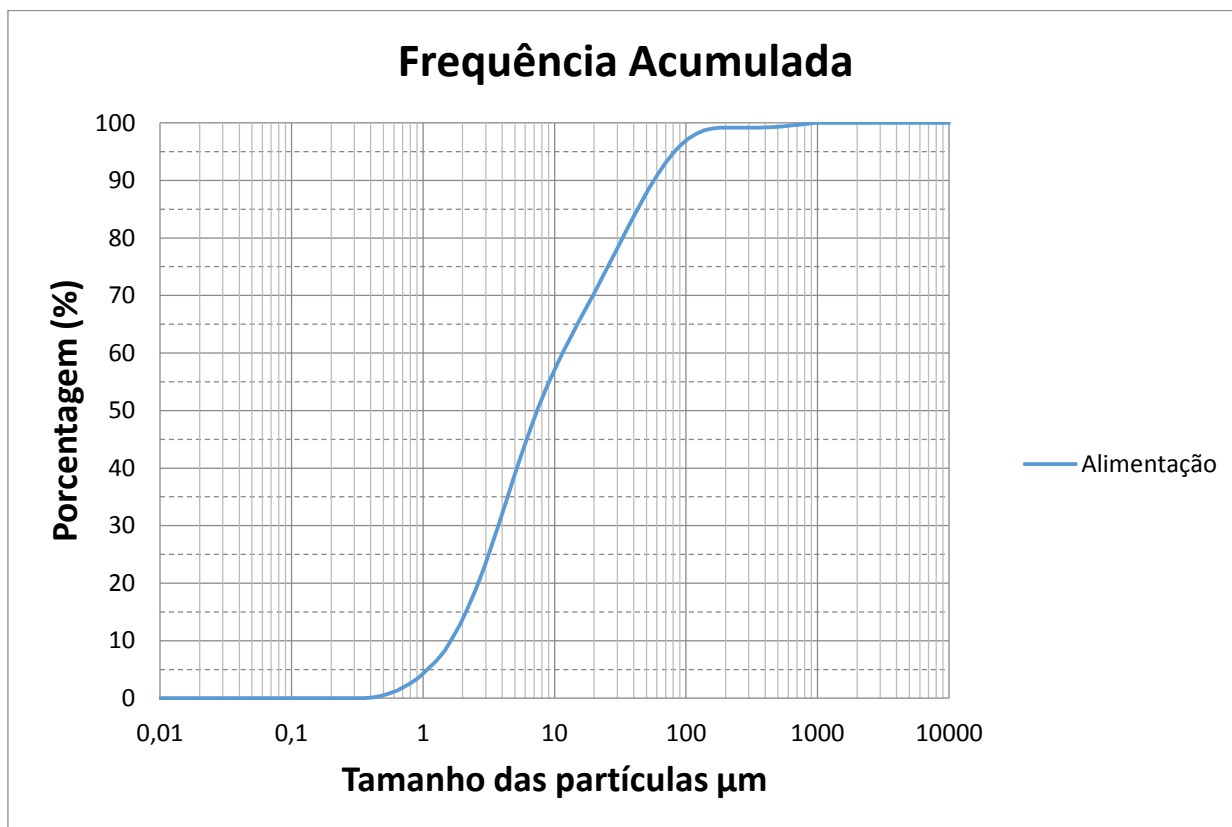


Figura 20: Distribuição percentual do tamanho de partículas da polpa de alimentação do hidrociclone.

Observa-se que na polpa de alimentação, o diâmetro médio das partículas correspondente às porcentagens passante acumulativa de 10, 50, e 90 % (d_{10} , d_{50} e d_{90}) foram de 1,66; 7,7 e 60 μm , respectivamente. O $d_{50} = 7,7$ representa que, 50 % das partículas, que se encontram na alimentação do ciclone, têm um diâmetro $\leq 7,7 \mu\text{m}$. Por outro lado, o 86 % das partículas apresentam-se com tamanho menor que 44,0 μm ($\leq 325\#$ malhas *mesh*).

Na unidade de beneficiamento, o material que alimenta o ciclone encontra-se em uma granulometria $< 60\#$ malhas *mesh* ($< 0,250 \text{ mm}$ ou $< 250 \mu\text{m}$). Observa-se na Figura 20 que a granulometria da polpa de alimentação encontra-se efetivamente inferior a esta.

INFLUÊNCIA DA ABERTURA DO ÁPEX

Nas Figuras 21 e 22, observa-se a influência da abertura do ápex sobre a distribuição granulométrica das partículas na fração “overflow” do ciclone. As aberturas do ápex utilizadas foram de 12,0; 14,0; 14,5; 15,0; e 16,0 mm (Figura 21). Nesse ensaio foi mantida constante a pressão de alimentação em $0,50 \text{ kgf.cm}^{-2}$ (Figura 21). Também foram realizados ensaios com aberturas do ápex de 12,0; 14,0; 15,0; e 16,0 mm (Figura 22). Nesse ensaio foi também mantida constante a pressão de alimentação em $0,55 \text{ kgf.cm}^{-2}$.

Observou-se que, com o aumento da abertura do ápex há um aumento da porcentagem passante, de partículas com um determinado tamanho na fração do “overflow” do ciclone. Esse resultado pode ser verificado na Figura 19. Observa-se que, quando a abertura do apex passou de 14 mm para 16 mm, a porcentagem passante aumentou de 87,0 para 93 %, respectivamente, para um diâmetro médio de $44 \mu\text{m}$ (325# malhas *mesh*).

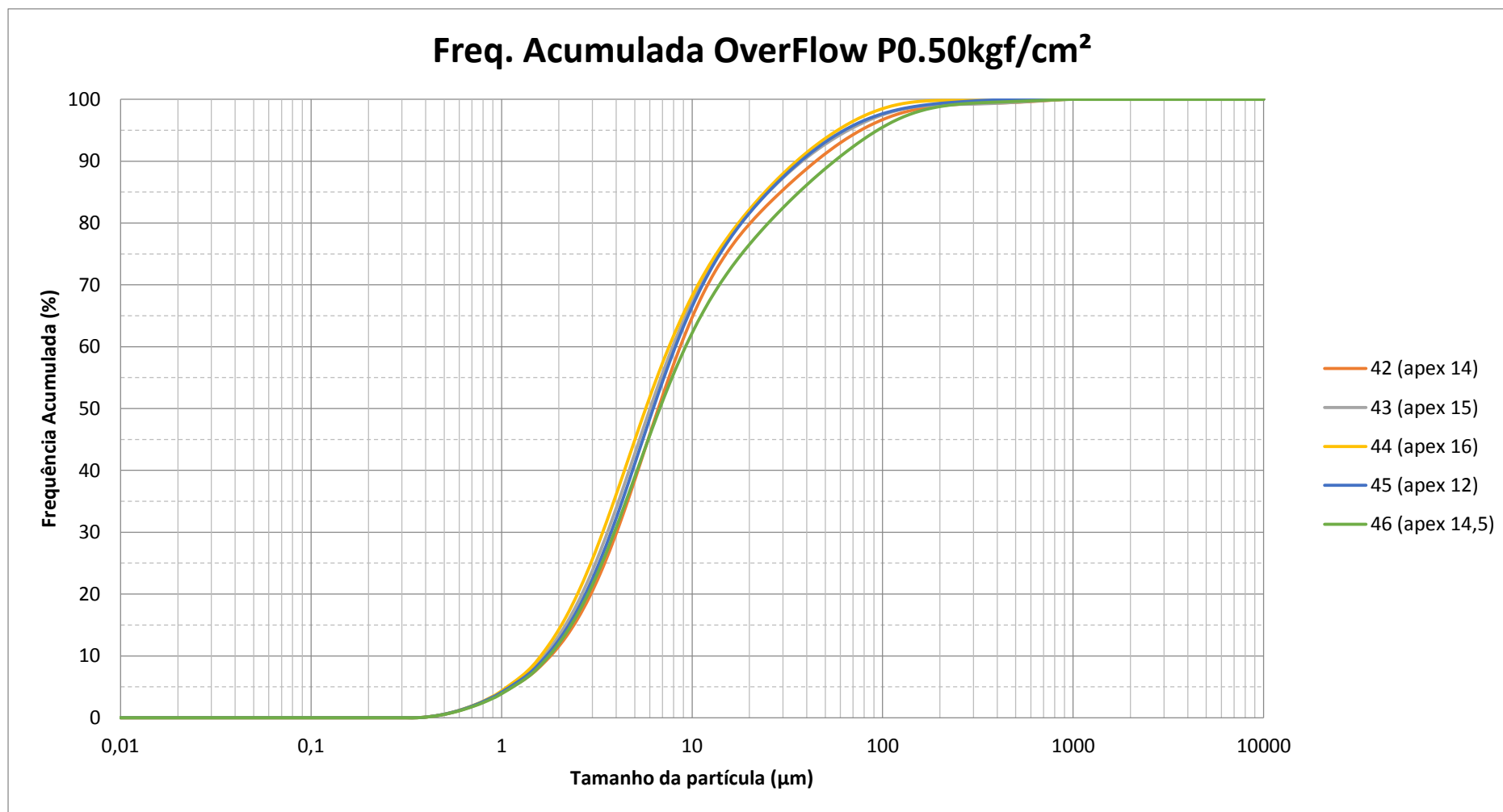


Figura 21: Distribuição porcentual do tamanho de partículas da fração do “overflow” do ciclone, com variação da abertura do apex e mantendo a pressão constante em 0,50 kgf·cm⁻²

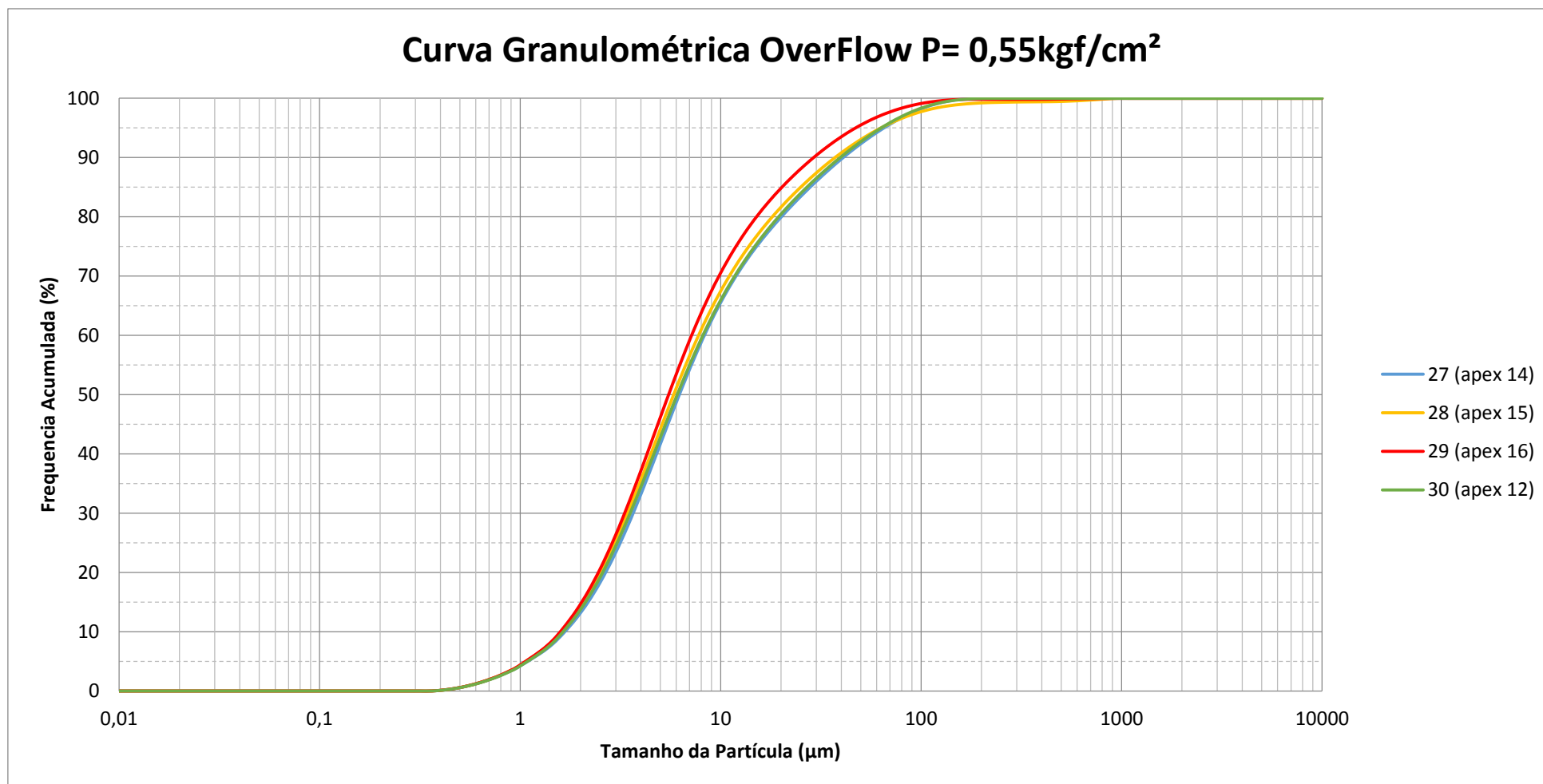


Figura 22: Distribuição porcentual do tamanho de partículas da fração do “overflow” do ciclone, com variação da abertura do *apex* e mantendo a pressão constante em 0,55 kgf·cm⁻²

Observa-se também que nas Figuras 21 e 22, em todas as aberturas do apex testadas, o d_{50} varia de 5,5 a 7,0 μm . Para um diâmetro médio de 44 μm (325 malhas), e para todas as aberturas do apex testadas, a porcentagem passante variou de 91,0 a 95,0 % (Figura 22).

Por outro lado, os tamanhos de partícula, correspondentes ao d_{90} , apresentaram menores faixas de granulometria, quando a pressão de alimentação aumentou de 0,50 para 0,55 kgf.cm^{-2} . A Figura 19 mostra que o d_{90} , com a pressão de alimentação de 0,50 kgf/cm^2 , para todos os apex testados, variou entre 34,7 e 52,5 μm . Porém, com uma pressão de alimentação de 0,55 kgf.cm^2 , para todos os apex testados, o d_{90} varia entre 30 e 39,8 μm (Figura 22).

Verificou-se também que com uma abertura do apex de 16 mm (Figura 21 e 22), tendo como referência um diâmetro médio de partícula de 44 μm (325 malhas) resultou numa granulometria mais fina. Isso pode ser explicado, devido a que com uma maior abertura do apex, maior quantidade de partículas, principalmente grosseiras, são direcionadas para a descarga do *underflow* do ciclone, propiciando assim uma granulometria mais fina no *overflow*.

INFLUÊNCIA DA VAZÃO DE ALIMENTAÇÃO

Outra variável analisada durante os ensaios foi a vazão de alimentação. Esse parâmetro foi variado colocando-se uma válvula do tipo agulha, para ajustar o fluxo de polpa. Observou-se que a pressão de alimentação continuava constante, mesmo com diferentes fluxos de polpa. A válvula foi colocada em três posições: válvula aberta, válvula $\frac{1}{4}$, e válvula $\frac{2}{4}$. A válvula aberta corresponde a um deslocamento angular de 360° . A válvula $\frac{1}{4}$ correspondeu a um deslocamento de 90° . A válvula $\frac{2}{4}$ correspondeu a um deslocamento angular de 180° .

Assim, foram realizados ensaios no ciclone, com a válvula aberta, válvula $\frac{1}{4}$, e válvula $\frac{2}{4}$, de forma a avaliar o efeito sobre a classificação das partículas. Esse efeito foi analisado a partir dos resultados das curvas de distribuição percentual em função do tamanho de partículas. Os ensaios foram realizados

com a abertura do apex mantido constante, e variando-se a abertura da válvula. Os resultados são mostrados nas Figuras 23, 24 e 25.

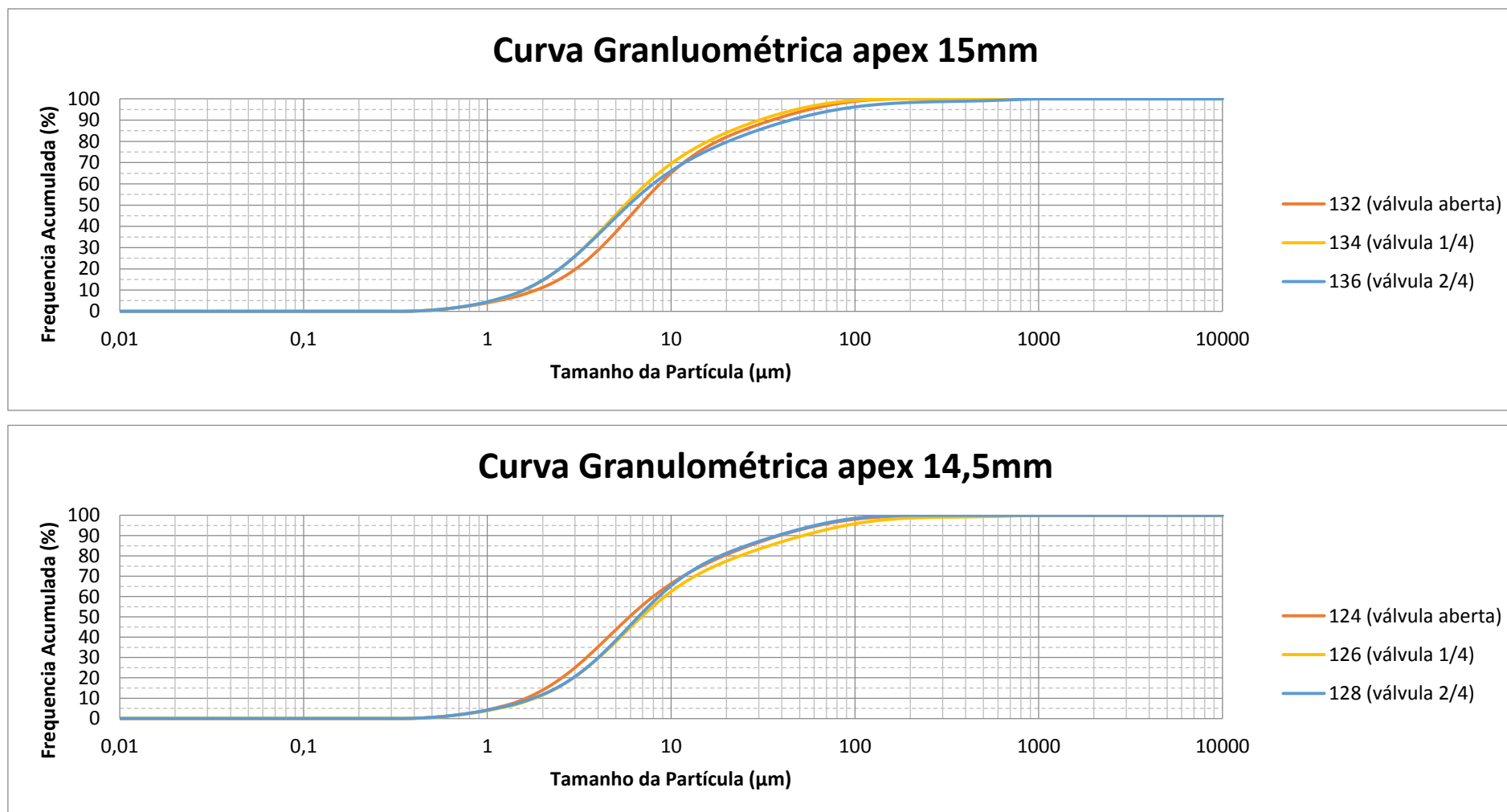


Figura 23: Distribuição porcentual do tamanho de partículas da fração do “overflow” do ciclone com variação do fluxo de alimentação. Condições operacionais: abertura do apex de 15 mm e 14,5 mm e pressão de alimentação de 0,50 kgf·cm⁻².

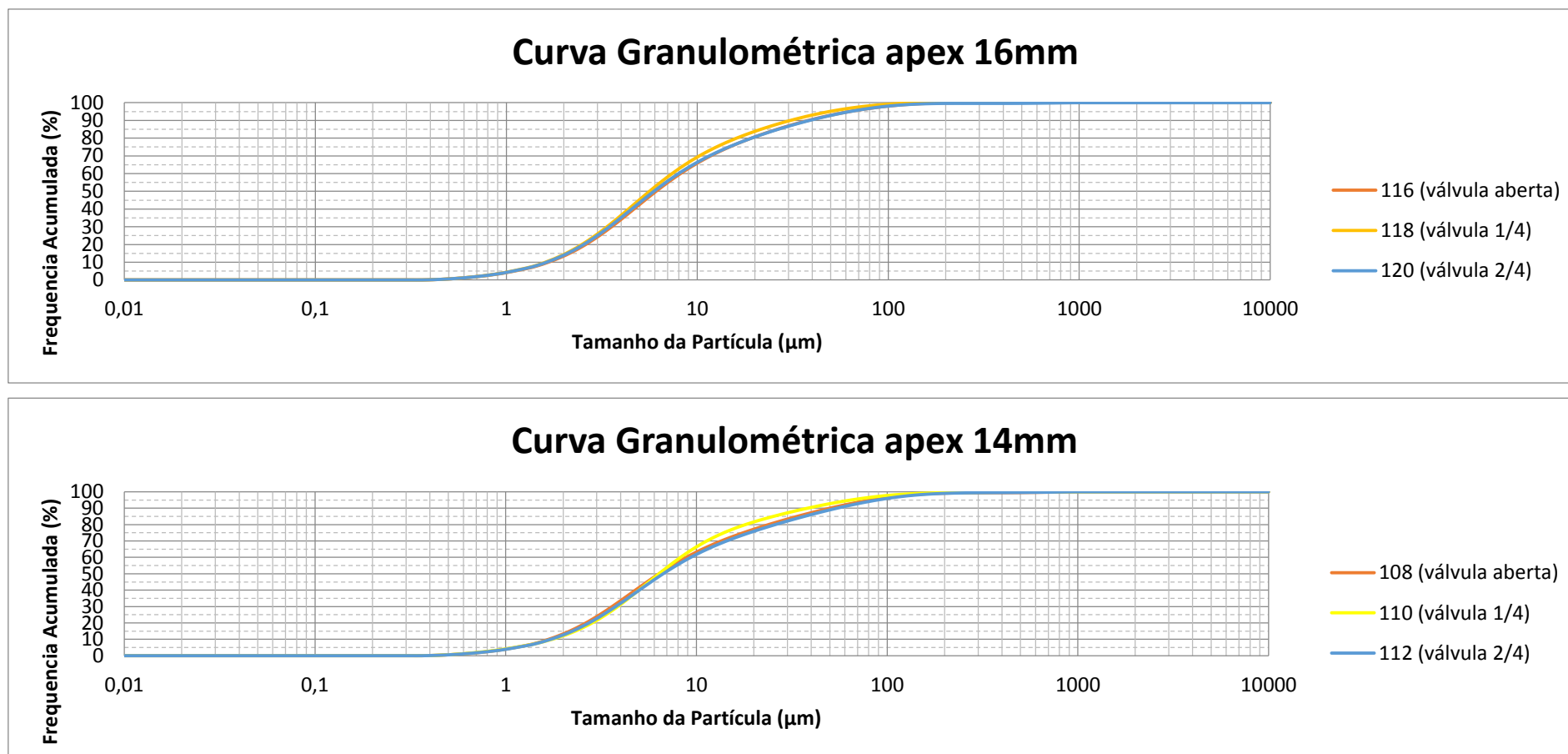


Figura 24: Distribuição porcentual do tamanho de partículas da fração do “overflow” do ciclone com variação do fluxo de alimentação. Condições operacionais: abertura do apex de 16 mm e 14 mm e pressão de alimentação de 0,50 kgf·cm⁻².

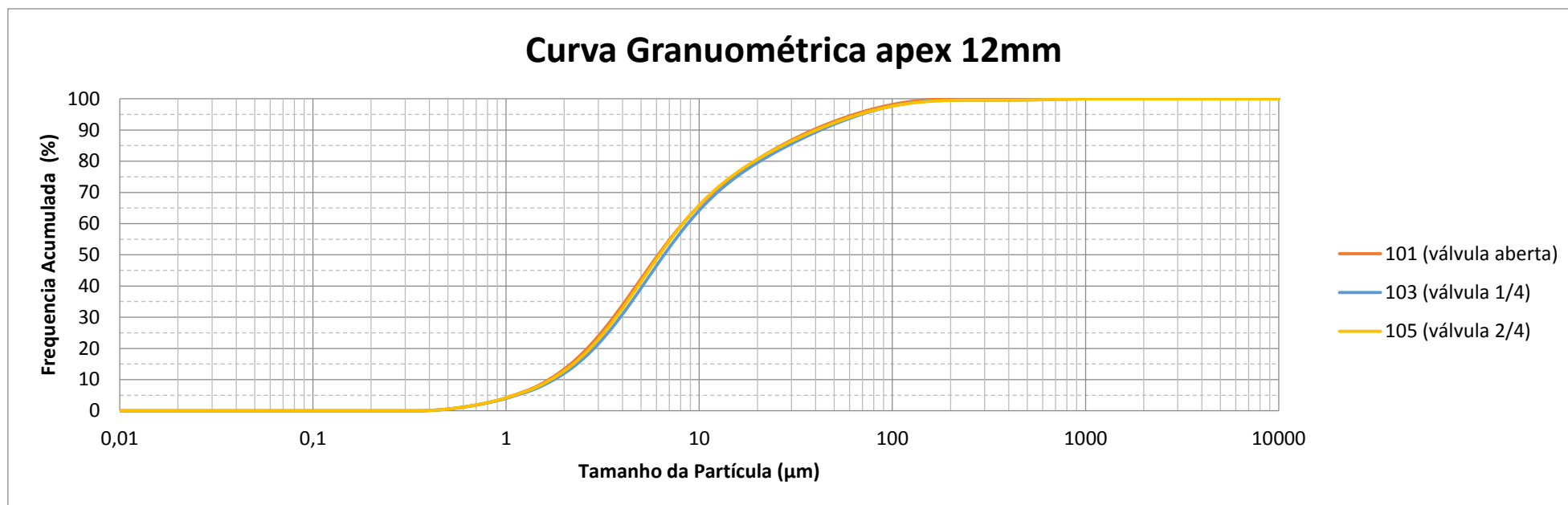


Figura 25: Distribuição porcentual do tamanho de partículas da fração do “overflow” do ciclone com variação do fluxo de alimentação. Condições operacionais: abertura do apex de 12 mm e pressão de alimentação de $0,50 \text{ kgf}\cdot\text{cm}^{-2}$.

Observa-se nas Figuras 23, 24 e 25, em todas as aberturas do apex testadas (12,0; 14,0; 14,5; 15,0; e 16,0 mm), mantendo-se a pressão de alimentação constante em $0,50 \text{ kgf.cm}^{-2}$, o d_{50} teve pequenas variações. Para um diâmetro médio de $44 \text{ }\mu\text{m}$ (325 malhas), e para todas as vazões de alimentação testadas, a porcentagem passante variou de 90,0 a 95,0 % (Figura 21).

Observou-se que, com a redução da vazão de alimentação há uma redução do tamanho médio das partículas, em uma determinada porcentagem passante. Esse resultado pode ser verificado na Figura 23. Observa-se que, quando a vazão de alimentação se reduz, (válvula aberta para válvula $\frac{1}{4}$), o d_{50} diminuiu de 7,0 para $5,5 \text{ }\mu\text{m}$, respectivamente.

Como pode ser verificado, existe uma relação direta entre a vazão de alimentação e a classificação granulométrica. Assim, aumentando-se a vazão de alimentação da polpa aumenta a granulometria das partículas, e vice-versa, mantendo-se a pressão e a abertura do apex, constante.

Constatou-se que, uma vazão menor de polpa, proporciona menores granulometrias da fração “overflow” do ciclone. Neste trabalho, no entanto, a influência da vazão de alimentação sobre a granulometria, pode ser considerada pequena. Devido a isso, a abertura da válvula pode ser mantida completamente aberta, com isso, aumentando-se a capacidade de classificação do ciclone.

INFLUÊNCIA DA PRESSÃO DE ALIMENTAÇÃO

Os ensaios foram realizados mantendo-se constante a abertura do apex (14 mm) e a vazão de alimentação. Os valores de pressão de alimentação utilizados foram de 0,50 e $0,55 \text{ kgf.cm}^{-2}$. A Figura 26 mostra a frequência distribuição percentual do tamanho de partículas da fração do “overflow” do ciclone, nessas condições.

O d_{50} obtido para ambos os valores da pressão de alimentação são bastante próximos, sendo 6,0 e $7,0 \text{ }\mu\text{m}$, aproximadamente. Para um diâmetro médio de $44 \text{ }\mu\text{m}$ (325 malhas), nas condições testadas, a porcentagem passante foi de 90,0 %, aproximadamente (Figura 26).

Era de se esperar que, com o aumento da pressão de alimentação aumentar-se-ia também a granulometria das partículas na fração “overflow” do

ciclone. Ressalta-se que, nas condições em que foram realizados os ensaios de classificação não foi possível verificar a influência da pressão de alimentação sobre o tamanho das partículas, visto que as curvas obtidas ficaram sobrepostas.

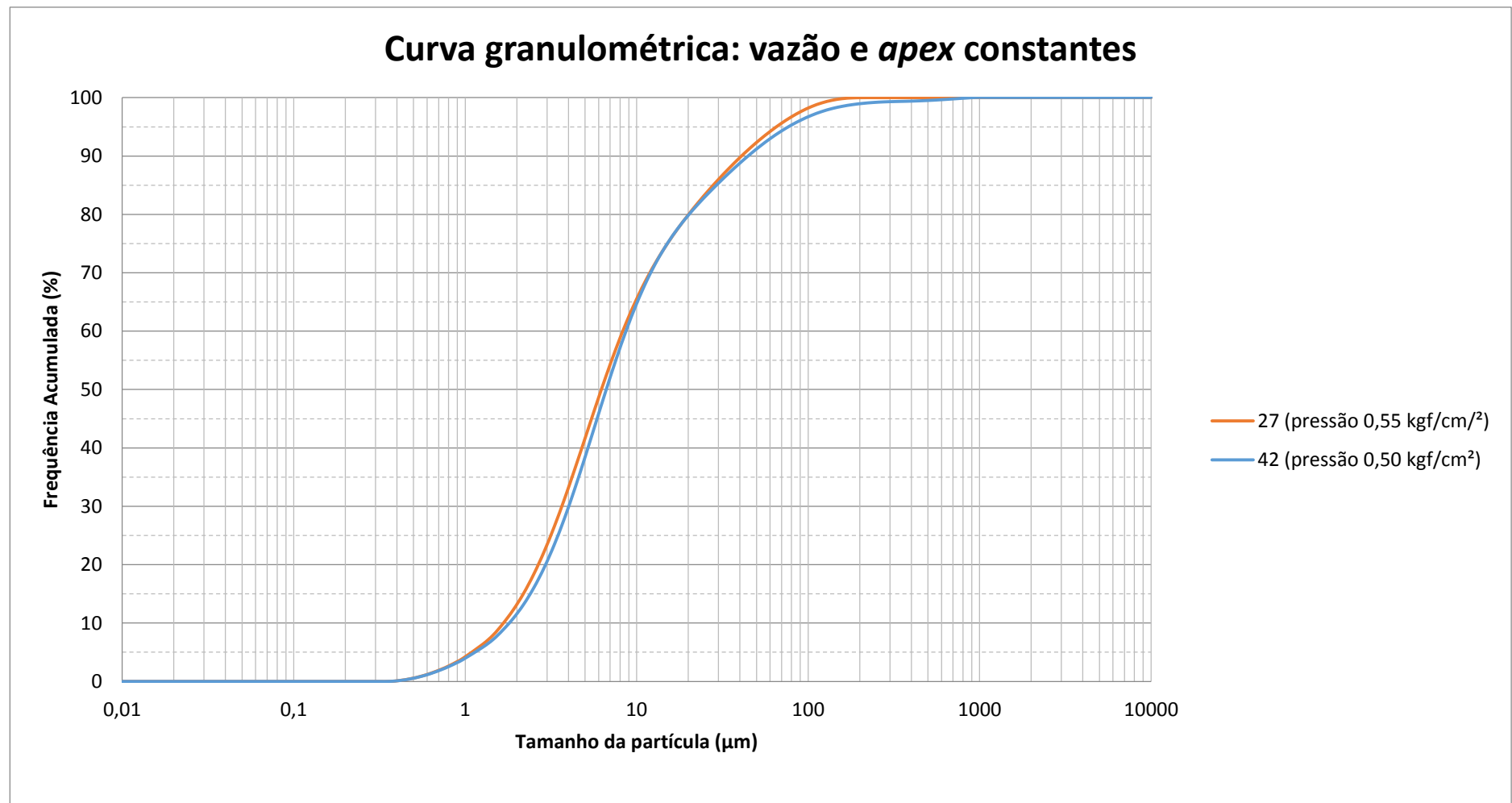


Figura 26: Distribuição porcentual do tamanho de partículas da fração do “overflow” do ciclone com variação da pressão de alimentação. Condições operacionais: abertura do apex de 14 mm e pressão de alimentação de 0,50 e 0,55 kgf·cm⁻².

5.1.1 ANÁLISE MINERALÓGICA

Os ensaios mineralógicos foram realizados em 11 amostras (1 da alimentação, 5 de *underflow* e 5 de *overflow*).

Os resultados de DRX estão apresentados nas Figuras 27, 28, e 29.

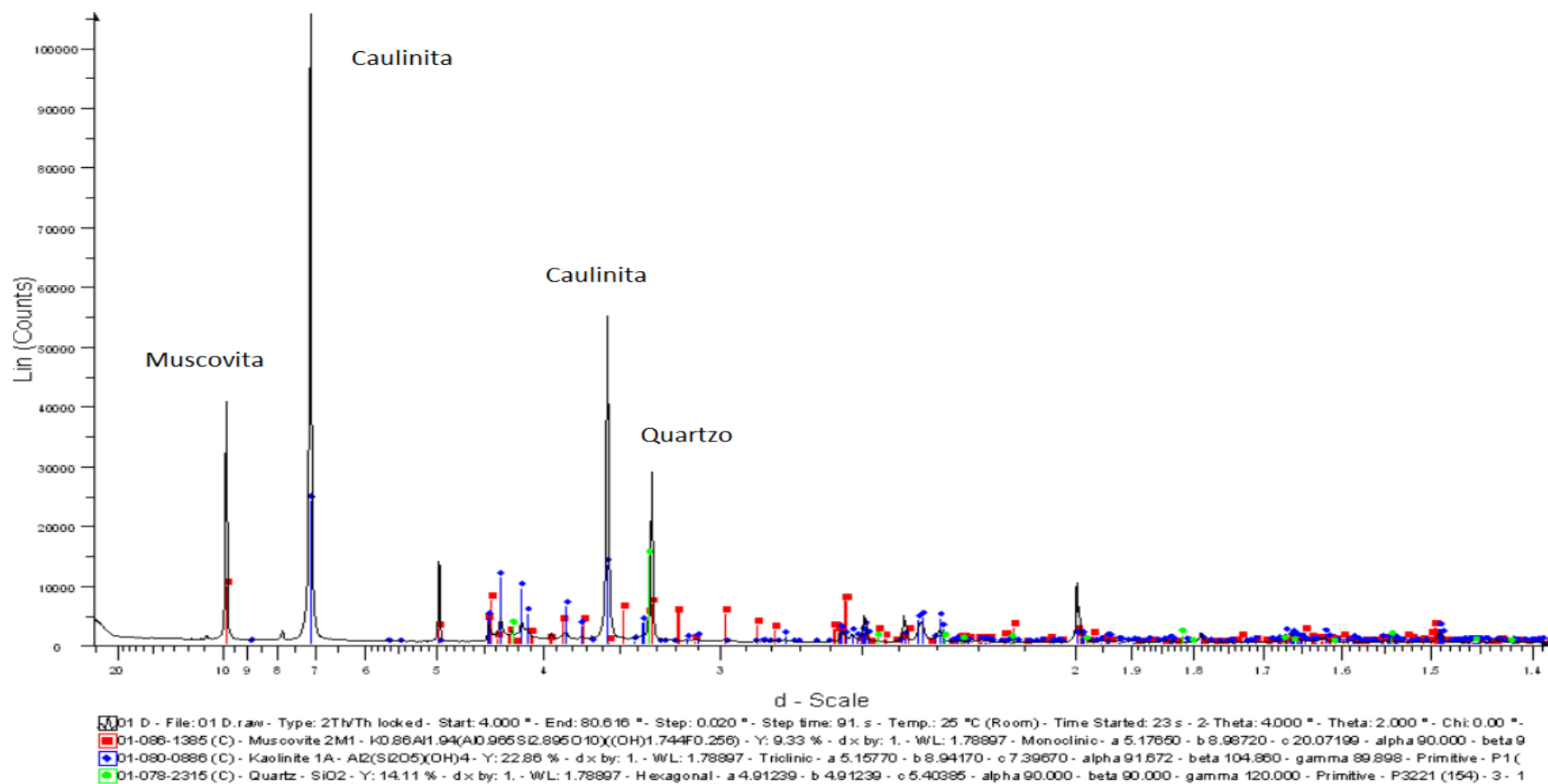


Figura 27: DRX da alimentação do ciclone (amostra 01)

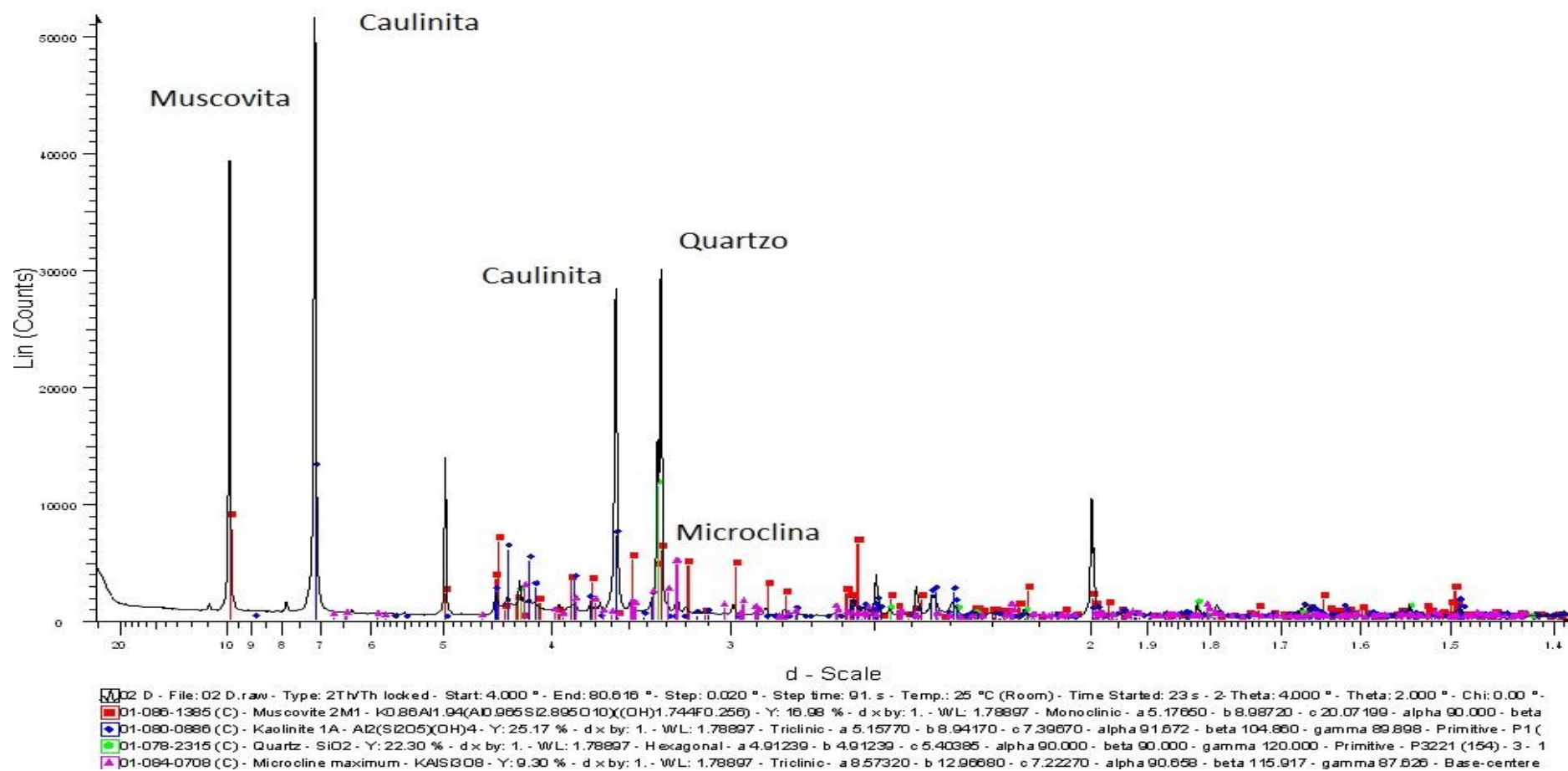


Figura 28: DRX da fração Underflow do ciclone (amostra 02)

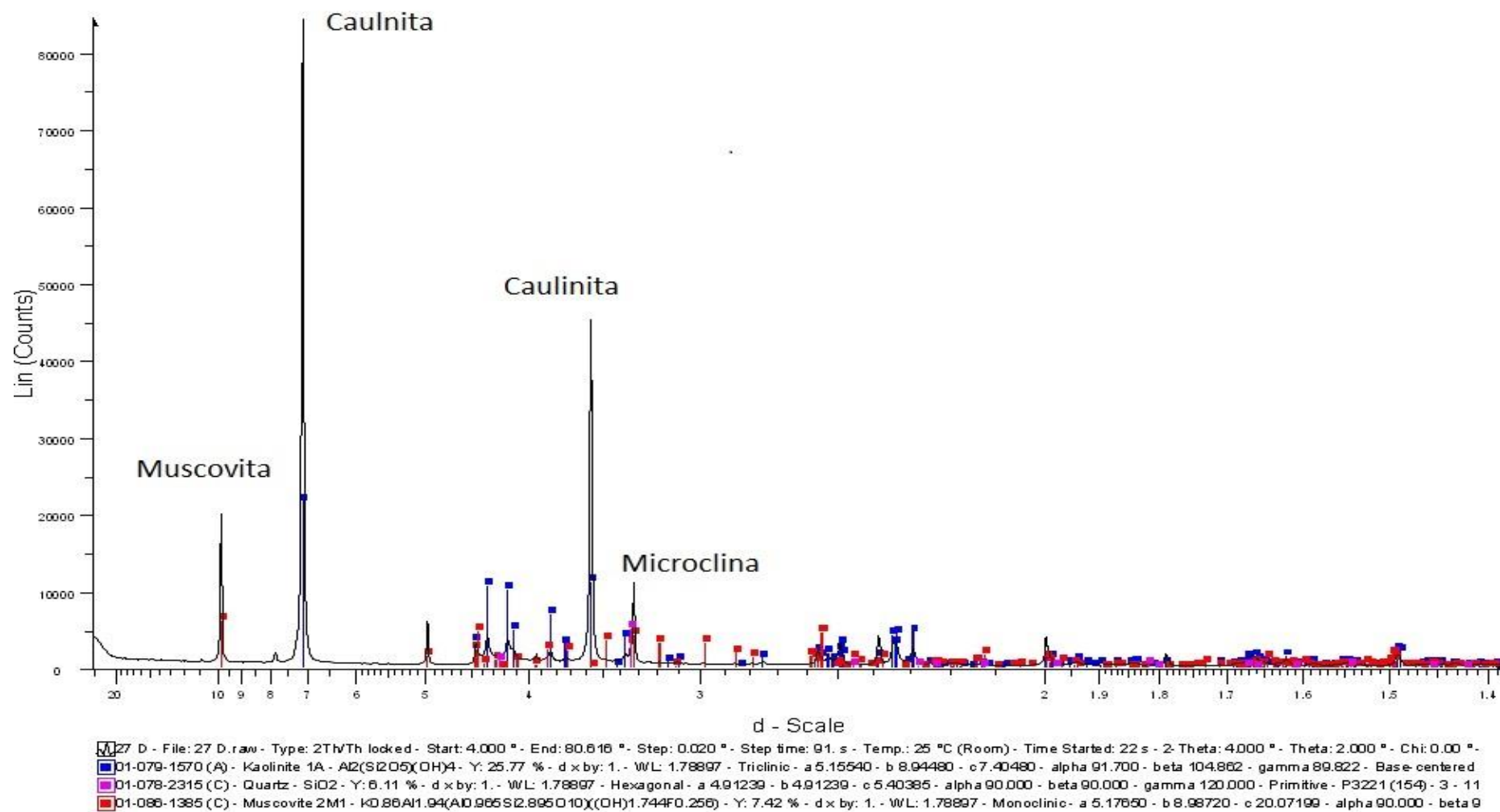


Figura 29: DRX da fração Overflow do ciclone (amostra 27).

Observou-se que, na alimentação e nas frações do underflow e overflow do ciclone apresenta, além da caulinita, de outros minerais como a mica (moscovita), microclina (feldspato) e o quartzo. Esses últimos minerais são considerados contaminantes do caulim, já que influenciam nas suas propriedades físicas, como maciez e abrasividade, entre outras (LUZ e DAMASCENO, 1993).

Observou-se também que, a intensidade dos picos, correspondentes à caulinita, é mais acentuada no *overflow* (Figura 29) do que no underflow (Figura 28). Os minerais quartzo e microclina apresentaram picos com maior intensidade, nos difratogramas do *underflow* (Figura 26) do que no overflow (Figura 29). Esse resultado pode indicar que a classificação das partículas de caulinita está sendo realizada pelo ciclone, com maior concentração desta na fração overflow.

5.1.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A Figura 30, correspondente à amostra da alimentação, mostra as partículas de caulinita, algumas individualizadas e outras compondo agregados. Esse comportamento da caulinita indicaria, possivelmente, que a etapa de desagregação do minério precisaria ser melhorada. Observou-se a presença de mica, mineral detectado nas análises de DRX. Na micrografia (Figura 30), a moscovita observa-se em fragmentos maiores e em formas lamelares. A partir dos resultados obtidos e comparados aos resultados obtidos por BERTOLINO (2012) é possível afirmar que as partículas de caulinita constituem agregados entre as mesmas e também recobrimo partículas de outros minerais, como a mica.

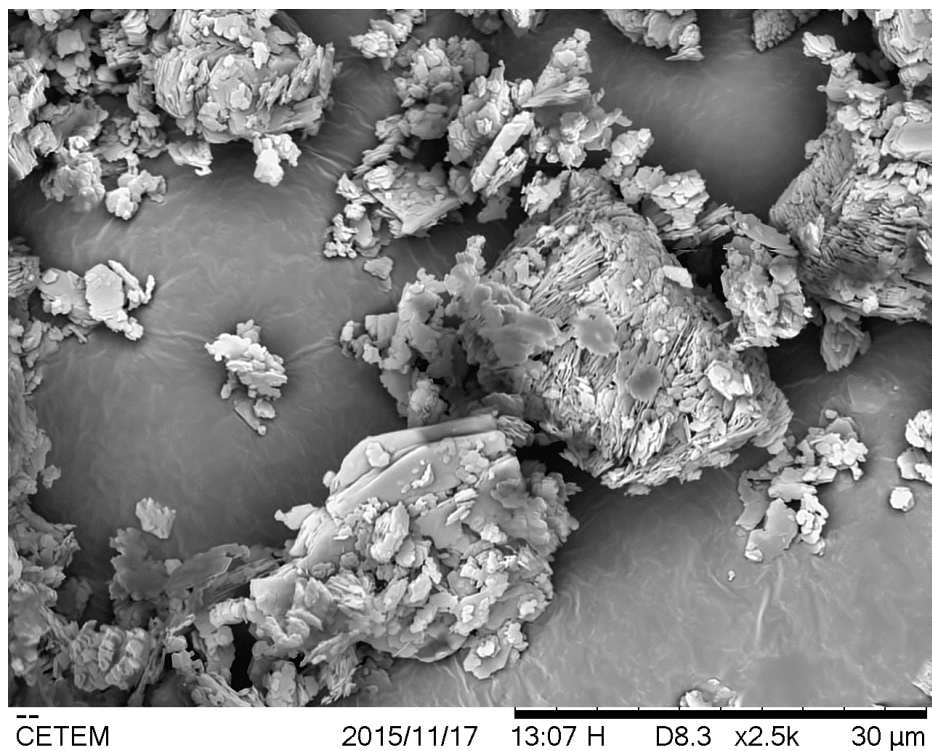


Figura 30: MEV - Alimentação do hidrociclone. Aumento: 2.500x.

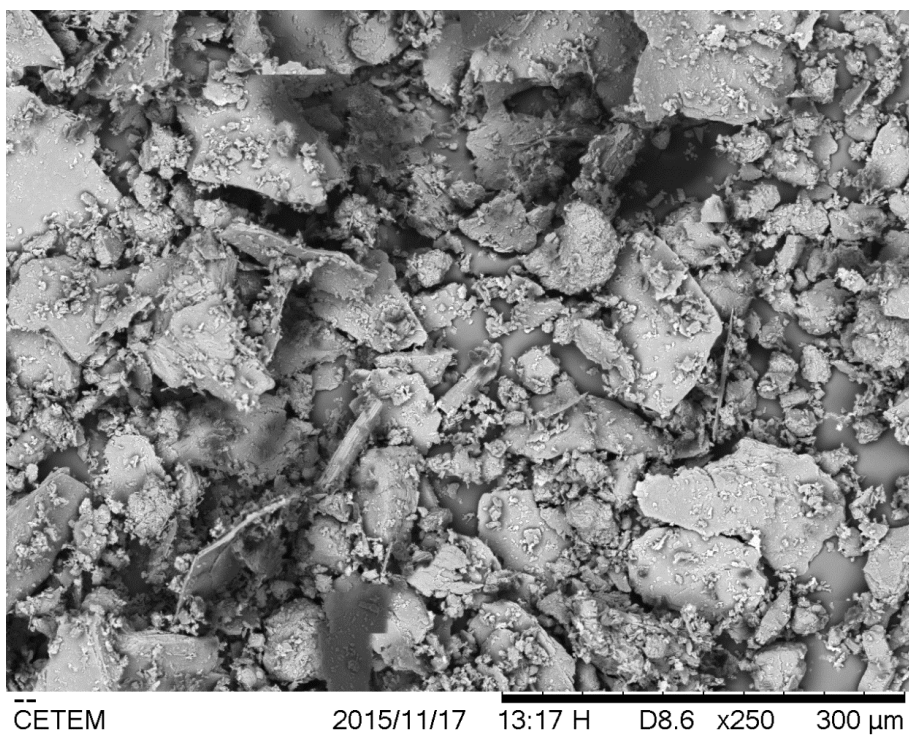


Figura 31: MEV - *Underflow* do hidrociclone. Aumento: 250x.

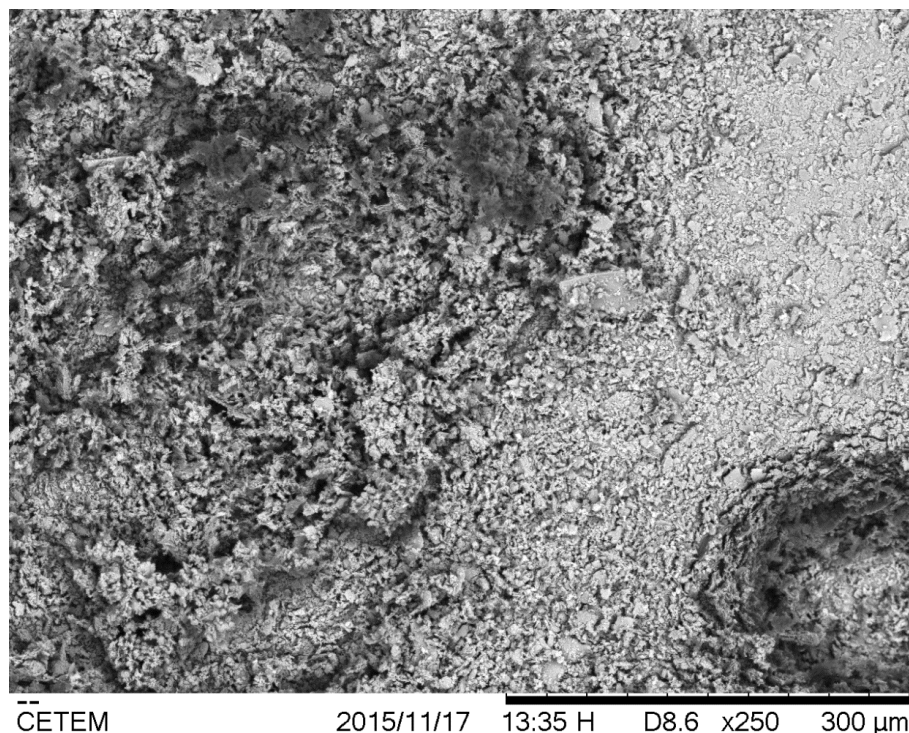


Figura 32: MEV - *Overflow* do hidrociclone. Aumento: 250x.

As Figuras 31 e 32 correspondem, respectivamente, às frações do *underflow* e *overflow*. Nelas pode-se observar a diferença no tamanho das partículas, o que mostra a ação de classificação de partículas pelo hidrociclone.

As partículas mais grosseiras podem ser observadas na Figura 31, sendo de mica, quartzo e agregados de caulinita. A presença desses agregados ocorreu, provavelmente, porque não houve uma boa desagregação do minério na etapa do batedor. Essa perda do caulim no *underflow* foi observada, como uma ineficiência da etapa de desagregação. Na Figura 32, obtida com um aumento de 250 vezes, mostrou maior proporção de partículas de caulinita no *overflow* em relação ao *underflow*.

A Figura 33, obtida com um aumento de 2.500 vezes, do *overflow* do ciclone, mostrou que ainda há a presença de outros minerais, como a mica (forma placosa e alongada das partículas).

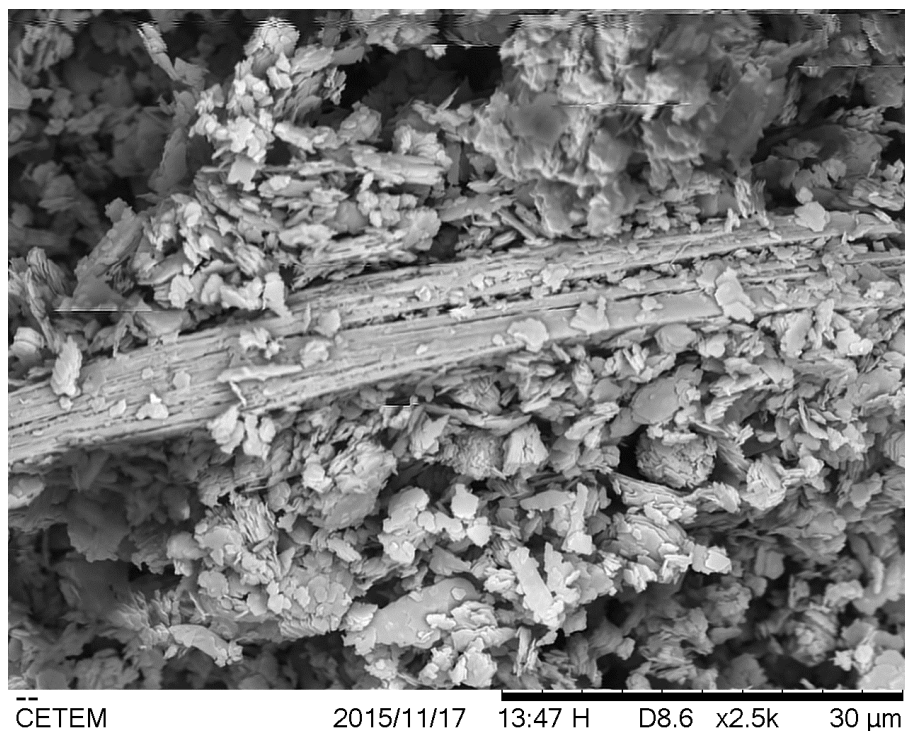


Figura 33: MEV - Micrografia da fração *overflow do ciclone*, mostrando partículas de caulinite e presença de mica moscovita, Aumento: 2.500x.

A mica, apesar de ser um mineral que possui grande capacidade de deformação, é também bastante friável, e possui uma densidade próxima à da caulinite. Por isso, a sua separação é difícil, e na classificação no ciclone, frações de micas acabam indo para o *overflow*, saindo junto com a caulinite (Figura 34). Na micrografia, a mica apresenta-se em fragmentos de maior tamanho sendo recobertas por partículas de caulinite.

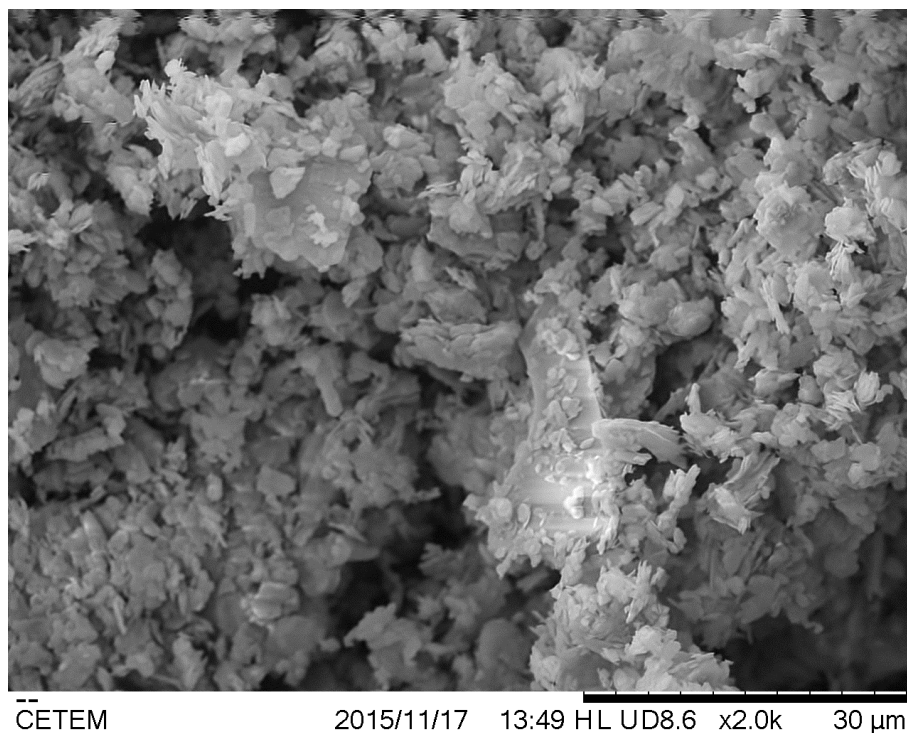


Figura 34: MEV – Micrografia do overflow do ciclone, mostrando a caulinita concentrada junto com mica. Aumento: 2.000x.

5.1.3 ANÁLISE QUÍMICA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X

A Tabela 3 apresenta os resultados obtidos para um total de 11 amostras, sendo 1 (uma) de alimentação, 5 de *underflow* e 5 de *overflow*. Os resultados semiquantitativos estão expressos em %, calculados como óxidos normalizados a 100%. A composição química deste caulim (Amostra 1) é semelhante à de outros estudos realizados. ARAÚJO (2012) analisou a composição química do caulim do Junco do Seridó, mostrando resultados semelhantes, nos teores de SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 .

Tabela 3: Resultados da análise química das amostras obtidas nos ensaios realizados em unidade de beneficiamento.

| Número da Amostra | Tipo de amostra | Na ₂ O | MgO | Al ₂ O ₃ | SiO ₂ | K ₂ O | CaO | Fe ₂ O ₃ | Cl | PPC* |
|-------------------|------------------|-------------------|-----|--------------------------------|------------------|------------------|-------|--------------------------------|-------|------|
| <u>1</u> | Alimentação | 0,2 | 0,1 | 40,9 | 44,2 | 0,6 | < 0,1 | 0,3 | 0,2 | 13,3 |
| <u>2</u> | <i>underflow</i> | 0,2 | 0,3 | 37,9 | 48,7 | 2,5 | < 0,1 | 0,5 | < 0,1 | 9,6 |
| <u>17</u> | <i>underflow</i> | 0,2 | 0,2 | 40,0 | 46,0 | 1,4 | < 0,1 | 0,4 | < 0,1 | 11,4 |
| <u>100</u> | <i>underflow</i> | 0,2 | 0,2 | 39,9 | 45,6 | 1,4 | < 0,1 | 0,4 | < 0,1 | 11,9 |
| <u>115</u> | <i>underflow</i> | 0,2 | 0,2 | 40,3 | 45,0 | 1,2 | < 0,1 | 0,3 | 0,1 | 12,3 |
| <u>131</u> | <i>underflow</i> | 0,2 | 0,2 | 40,3 | 45,3 | 1,3 | < 0,1 | 0,4 | 0,1 | 12,0 |
| <u>27</u> | <i>overflow</i> | 0,2 | 0,1 | 41,1 | 43,8 | 0,5 | < 0,1 | 0,3 | 0,2 | 13,6 |
| <u>42</u> | <i>overflow</i> | 0,1 | 0,1 | 41,0 | 43,9 | 0,5 | < 0,1 | 0,3 | 0,2 | 13,6 |
| <u>101</u> | <i>overflow</i> | 0,1 | 0,1 | 41,2 | 43,6 | 0,5 | < 0,1 | 0,3 | 0,1 | 13,8 |
| <u>116</u> | <i>overflow</i> | 0,1 | 0,1 | 41,3 | 43,6 | 0,5 | < 0,1 | 0,3 | 0,1 | 13,7 |
| <u>132</u> | <i>overflow</i> | 0,2 | 0,1 | 41,1 | 43,7 | 0,5 | < 0,1 | 0,3 | 0,1 | 13,7 |

*PPC. Perda por calcinação: A determinação de PPC das amostras foi feita em equipamento Leco TGA-701. Primeira rampa de aquecimento 10°C·min⁻¹ de 25-107°C, segunda rampa 40°C·min⁻¹ de 107-1000°C. O ensaio é finalizado após 3 pesagens sequenciais idênticas.

Observa-se nessa tabela que, os teores de SiO₂ são menores no overflow do que no underflow. Num dos ensaios, o teor de SiO₂ foi de 43,8 % (Amostra 27) e no underflow foi de 48,7% de SiO₂ (Amostra 2). Enquanto que, os teores de Al₂O₃ foram maiores no overflow e menores no underflow. Nesse mesmo ensaio de classificação, o teor de Al₂O₃ foi de 41,1 % e no underflow o teor de Al₂O₃ foi de 37,9 %.

Os resultados obtidos no trabalho de BERTOLINO (2012), com amostras de caulins de Minas Gerais, observou o aumento dos teores de Al₂O₃ e a diminuição do SiO₂ após as etapas de beneficiamento, em relação ao caulim não beneficiado.

A composição química teórica da caulinita, de acordo com Dana (1984), é 46,5% de SiO₂, 39,5% de Al₂O₃, e 14% de H₂O.. Os teores de SiO₂ e Al₂O₃ correspondentes ao concentrado de caulim (produto overflow) determinados neste trabalho, apresentaram alguma diferença ao citado por Dana. Essa diferença se deve, provavelmente, aos outros minerais como quartzo, moscovita, e feldspato, presentes no overflow. Sabe-se que a moscovita e o feldspato são

também aluminossilicatos, assim como a caulinita. É possível que o hidrociclone não tenha possibilitado a ampla separação desses minerais.

Observou-se também que os teores de K_2O foram inferiores no overflow e maiores no underflow. Num dos ensaios realizados o teor de K_2O foi de 0,5 % (amostra 27) e de 2,5 % no underflow (amostra 2). Os teores de CaO e Fe_2O_3 foram, para ambas as frações (overflow e underflow), próximas. Ressaltando que o overflow apresentou um teor de Fe_2O_3 de 0,30 %, teor que não poderia trazer alguma contaminação significativa ao concentrado de caulim, a depender da aplicação industrial.

5.2 CLASSIFICAÇÃO EM ESCALA DE BANCADA

Os ensaios em bancada foram realizados com coleta de 78 amostras, com variação das condições operacionais. Dessas amostras, 8 (oito) foram analisadas no CRTI. A Tabela 4 mostra as condições de operação de cada ensaio.

Nos ensaios nº 01 e 02 foram mantidos constantes a abertura do ápex e a vazão de alimentação (válvula aberta) e foi variada a pressão de alimentação em 1,0 e 2,0 $kgf \cdot cm^{-2}$, respectivamente. As amostras desses ensaios foram coletadas no fluxo do overflow do ciclone. Nesses mesmos ensaios foram coletadas amostras no underflow do ciclone.

Tabela 4: Ensaios de classificação realizados no hidrociclone em escala de bancada e suas respectivas condições de operação.

| AMOSTRA | CONDIÇÕES OPERACIONAIS |
|---------|---|
| | (Pressão, abertura do apex, descarga, vazão) |
| 01 | 1,0 $kgf \cdot cm^{-2}$, apex 10mm, overflow, válvula aberta |
| 02 | 2,0 $kgf \cdot cm^{-2}$, apex 10mm, overflow, válvula aberta |
| 03 | 1,0 $kgf \cdot cm^{-2}$, apex 10mm, overflow, válvula aberta |
| 04 | 1,0 $kgf \cdot cm^{-2}$, apex 15mm, overflow, válvula aberta |
| 05 | 1,0 $kgf \cdot cm^{-2}$, apex 15mm, overflow, válvula 2/4 |
| 06 | 2,0 $kgf \cdot cm^{-2}$, apex 10mm, overflow, válvula 2/4 |
| 07 | 1,0 $kgf \cdot cm^{-2}$, apex 15mm, overflow, válvula 3/4 |
| 08 | 1,0 $kgf \cdot cm^{-2}$, apex 15mm, overflow, válvula 3/4 |

Nos ensaios nº 03 e 04 foram mantidos constantes a pressão de alimentação ($1,0 \text{ kgf.cm}^{-2}$) e a vazão de alimentação (válvula aberta) e foi variada a abertura do ápex em 10 e 15 mm, respectivamente. As amostras desses ensaios foram coletadas no fluxo do overflow do ciclone. Nesses mesmos ensaios foram coletadas amostras no underflow do ciclone. As condições operacionais de outros ensaios realizados encontram-se registradas nessa tabela.

5.2.1 Análise Mineralógica

Duas amostras (nº 02 e 04) foram selecionadas para a realização de ensaios de DRX, utilizando a técnica de refinamento de Rietveld, com o objetivo de quantificar a porcentagem de caulinita e de outros minerais presentes na amostra. As Figuras 35 e 36 e a Tabela 5 apresentam os resultados obtidos.

Os difratogramas obtidos com o refinamento Rietveld usaram o programa *Topas 4.2*. A curva pontilhada em preto corresponde ao difratograma medido, a curva em vermelho ao difratograma calculado e a curva cinza, corresponde à diferença entre o calculado e o medido.

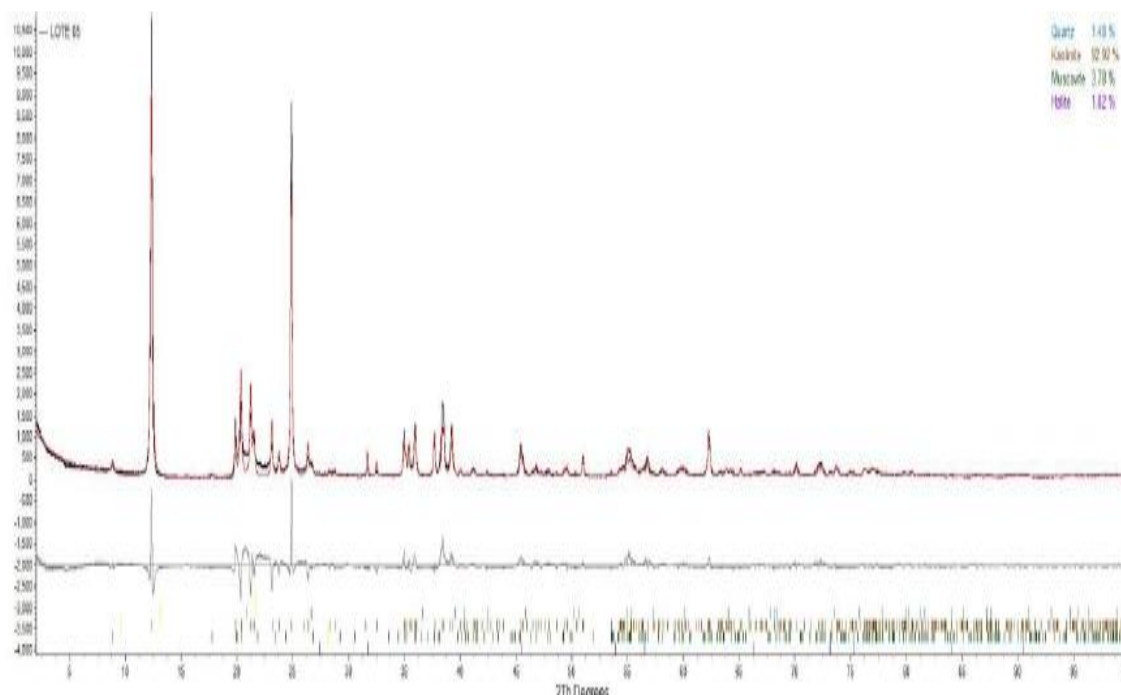


Figura 35: Difratograma da amostra nº 02 com o refinamento Rietveld.

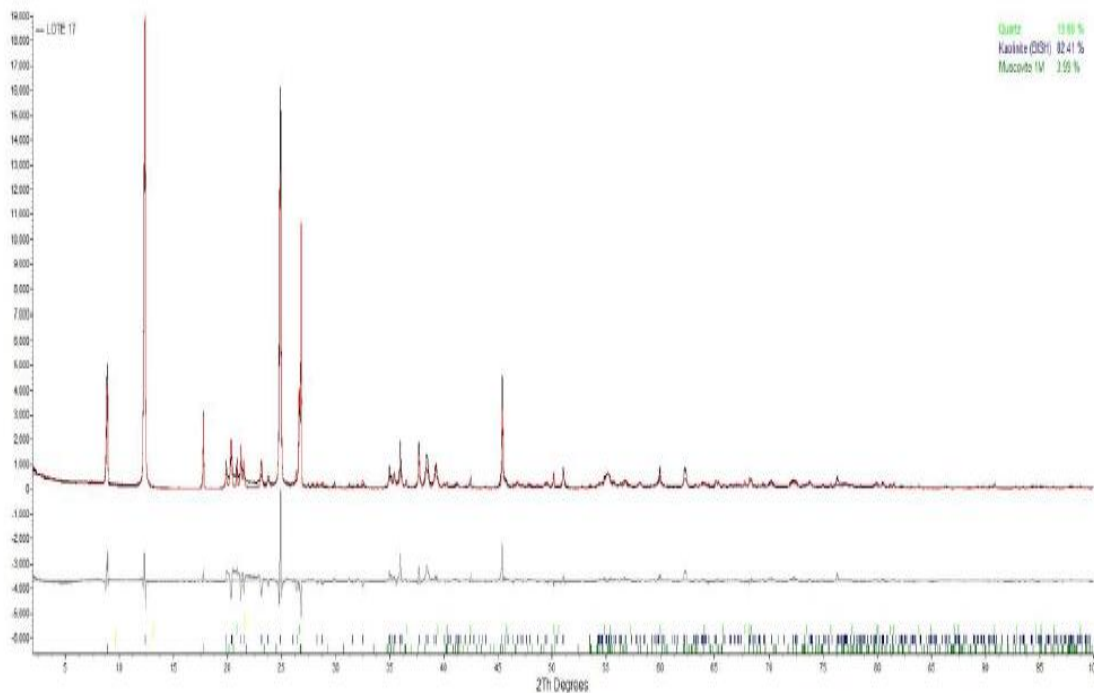


Figura 36: Difratoograma da amostra nº 04 com o refinamento Rietveld.

Tabela 5: Análise quantitativa de amostras coletadas no overflow do ciclone e analisadas pelo método de Rietveld

| Análise quantitativa pelo método de Rietveld | | | |
|--|-------|-----------|-------|
| Nº 02 | | Nº 04 | |
| Mineral | % | Mineral | % |
| Quartzo | 1,48 | Quartzo | 13,6 |
| Caulinita | 92,92 | Caulinita | 82,41 |
| Moscovita | 3,78 | Moscovita | 3,99 |
| Halita | 1,82 | | |

Observa-se a diminuição da porcentagem de caulinita, de 92,92 (ensaio nº 02) para 82,41 % (ensaio nº 04). Nesses ensaios foi variada a abertura do apex (10 para 15 mm) e a pressão de alimentação da polpa (2,0 para 1,0 kgf.cm⁻²). Como os dois parâmetros foram variados, não é possível definir qual é a teve maior influência na classificação. SAMPAIO (2007) considera que o aumento da pressão de alimentação acarreta o aumento da faixa granulométrica no overflow, e o aumento da abertura do apex também resulta no aumento no diâmetro de classificação.

5.2.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Um total de 8 (oito) amostras foram analisadas e imagens geradas pelo microscópio eletrônico de varredura no CRTI/GO. A identificação das fases minerais foi realizada através da microsonda eletrônica acoplada ao microscópio eletrônico de varredura.

A Figura 37 apresenta a micrografia da amostra 01 (Tabela 4) obtida com aumento de 500x e detector de elétrons secundários. A Figura 38 é a mesma micrografia; porém obtida com detector de EDX para identificação dos minerais presentes nessa amostra.



Figura 37: MEV da amostra nº 01. Aumento: 500x

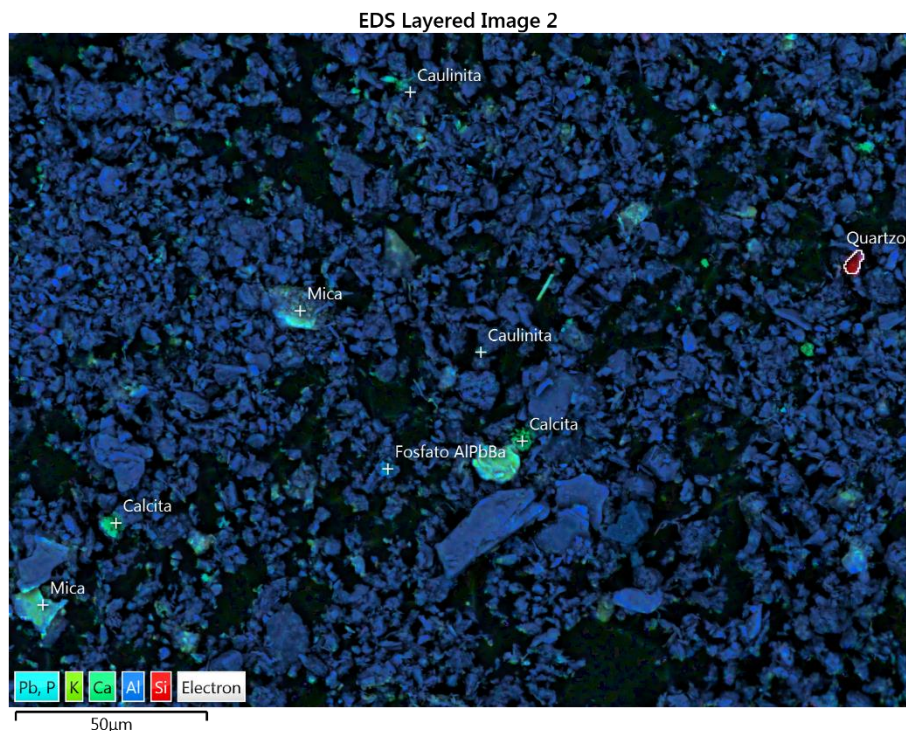


Figura 38: MEV da amostra nº 01 obtida com detector de EDX para identificação de fases minerais. Aumento: 500x.

Observa-se nessa micrografia (Figura 38) que o mineral predominante é a caulinita, havendo também a presença de outros minerais em menores proporções como mica (moscovita), calcita e quartzo. Outro mineral encontra-se também nessa amostra; porém não foi identificado. Trata-se de um fosfato contendo os elementos químicos de alumínio, chumbo e bário. A micrografia mostrou a presença significativa da caulinita, que era de se esperar em se tratando de uma amostra correspondente a um produto do overflow do ciclone.

Na Figura 39 representa a micrografia da amostra nº 02 (Tabela 4) obtida com aumento de 500x e detector de elétrons secundários. A Figura 40 é a mesma micrografia; porém obtida pela espectroscopia de raios X para identificação dos minerais presentes nessa amostra. A micrografia mostra a presença significativa da caulinita, resultado que era esperado em se tratando de uma amostra coletada na fração overflow do ciclone.

Observam-se também outras fases minerais que aparecem nessa micrografia (Figura 39) com tons mais claros, as quais foram identificadas e se encontram em menores proporções (Figura 40).

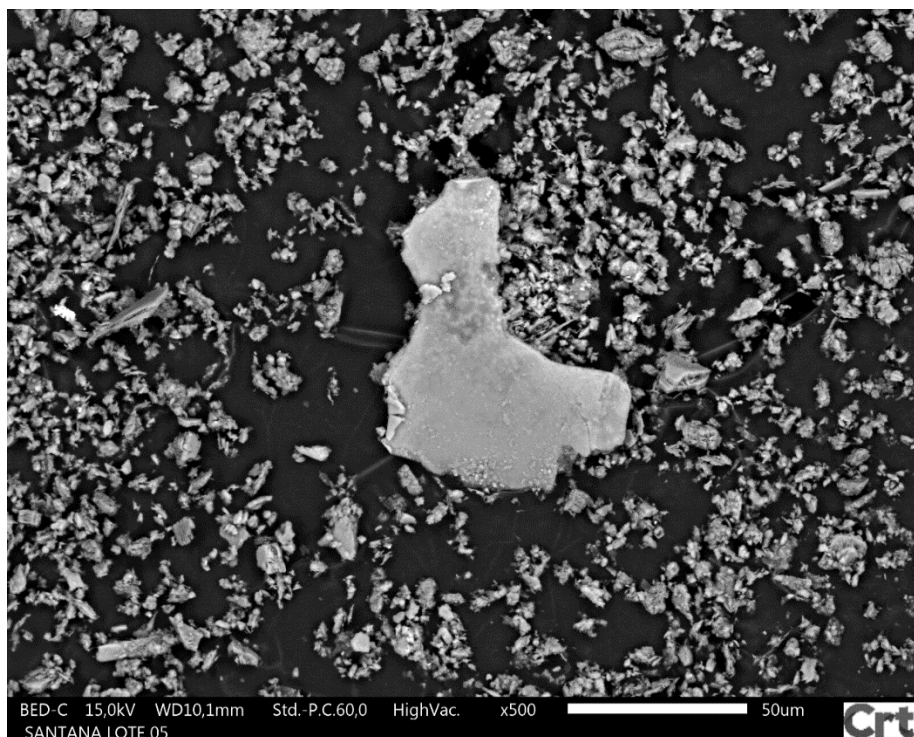


Figura 39: MEV da amostra nº 02. Aumento: 500x

Observa-se a acentuada diferença granulométrica do material (Figura 39), tendo a presença significativa de partículas com granulometria muito fina. Esse comportamento evidencia a boa eficiência de classificação do hidrociclone.

Na Figura 40 observa-se a presença predominante de caulinita. Também foi identificado alguns sais como o cloreto de sódio (NaCl), que veio possivelmente da solubilização e posterior recristalização do sal durante a etapa de preparação de amostras. Observou-se também a presença de uma fase constituída de caulinita e anidrita (sulfato de cálcio, CaSO_4), porém esta última em proporção muito pequena.

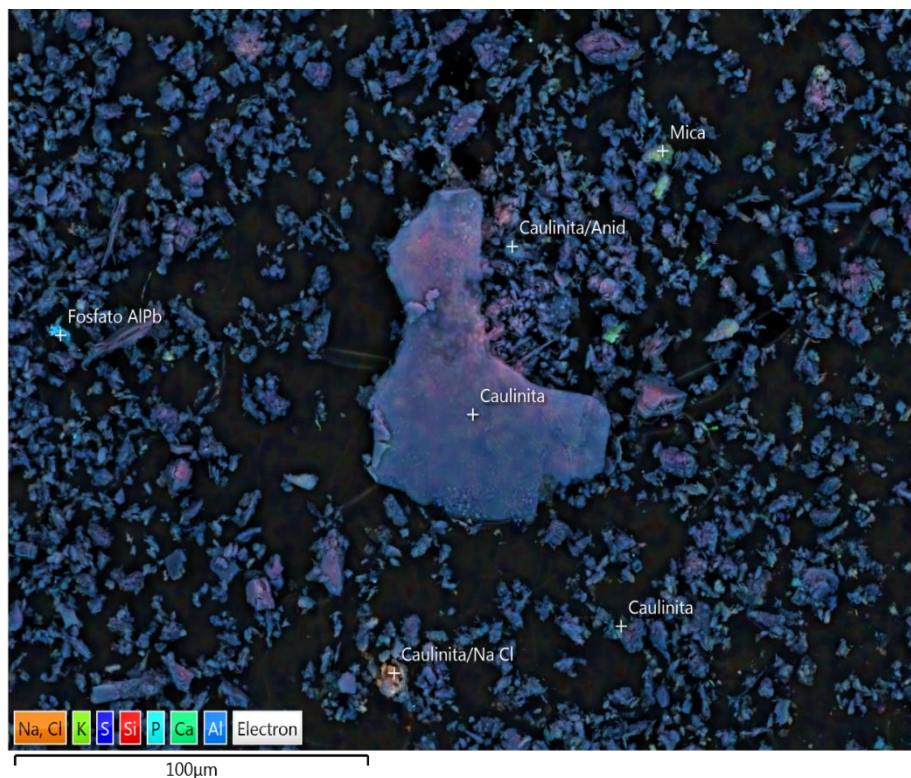


Figura 40: MEV da amostra nº 02 obtida com detector de EDX para identificação de fases minerais. Aumento: 500x.

A Figura 41 apresenta a micrografia da amostra 03 (Tabela 4) obtida com aumento de 500x e detector de elétrons secundários. A Figura 42 é a mesma micrografia; porém obtida com detector de EDX para identificação dos minerais presentes nessa amostra.

Na Figura 41 observa-se também em destaque a presença significativa de caulinita além de outros minerais, vistos na micrografia com diferentes tons de cinza. Esses minerais foram identificados com detector de EDX (Figura 42). A caulinita encontra-se em fina granulometria, em partículas individualizadas e em agregados com dimensões aproximadamente $< 10 \mu\text{m}$, mostrando pelo menos em termos qualitativos, uma boa eficiência de concentração desse mineral.

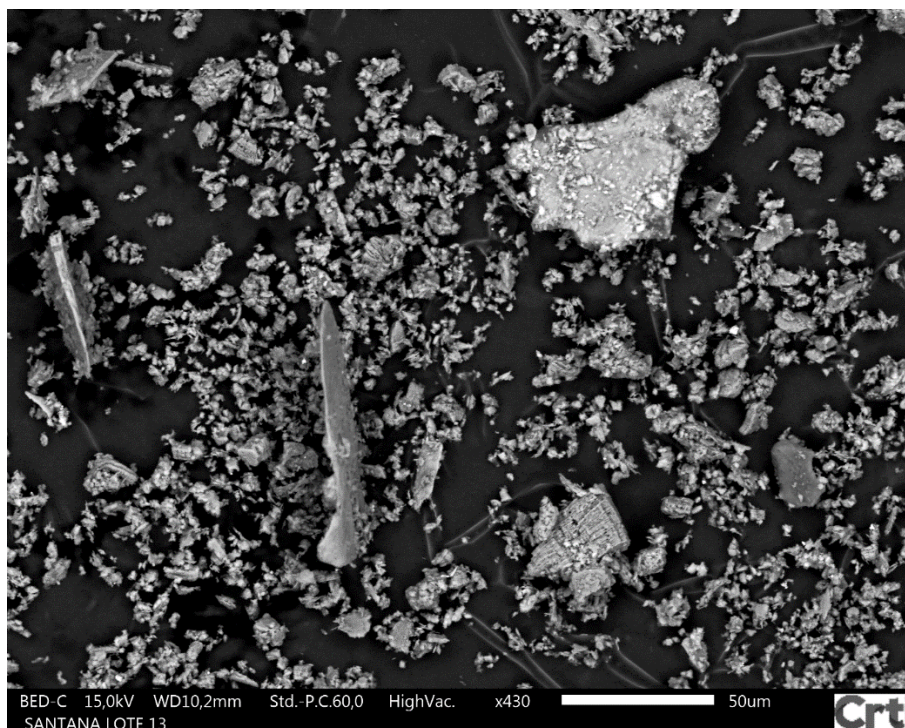


Figura 41: MEV da amostra nº 03. Aumento 500x.

A presença de outros minerais como a mica (moscovita) e a calcita é observada na Figura 42, minerais que possuem densidade semelhante à da caulinita. Esses minerais e outros, como barita (BaSO_4) e rutilo (TiO_2) em porcentagens pequenas foram também conduzidos pelo vórtice ascendente do ciclone a saírem no overflow junto com a caulinita. Esse comportamento era de se esperar considerando que, qualquer equipamento de processamento mineral não consegue separar os minerais de ganga, apenas em uma única etapa de concentração.

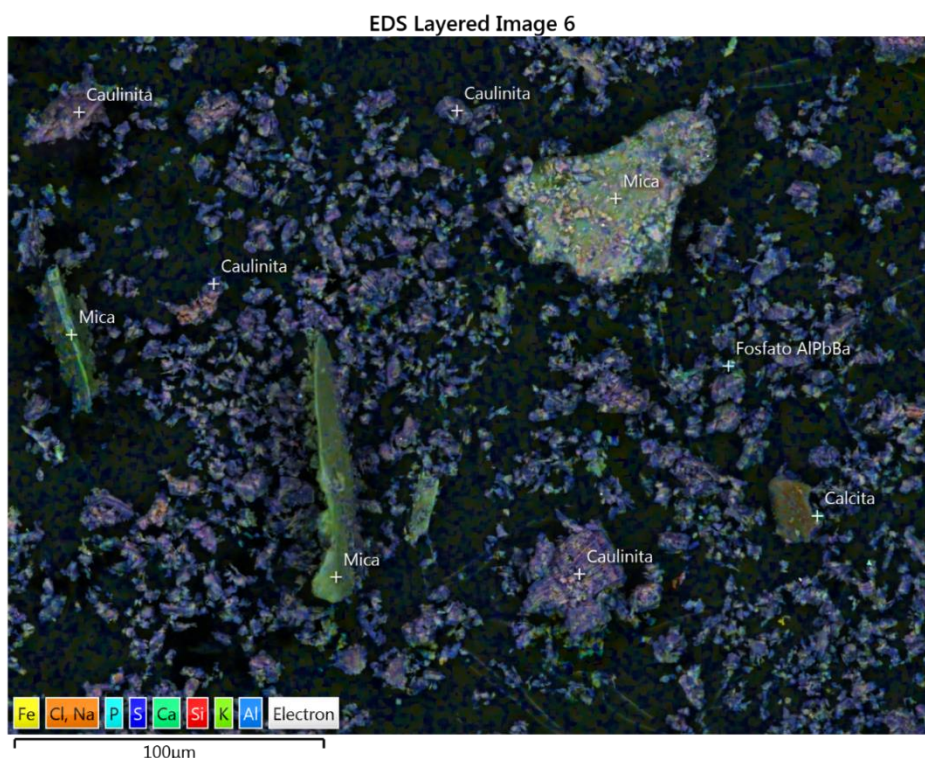


Figura 42: MEV da amostra nº 03 obtida com detector de EDX para identificação de fases minerais. Aumento: 500x.

A Figura 43 mostra a micrografia correspondente à amostra nº 06 coletada no overflow do ciclone. Observou-se nesta imagem e em outras anteriormente citadas que, há um comportamento natural da caulinita constituir agregados de partículas com diferentes tamanhos. O processo de classificação (ou concentração) de caulinita no hidrociclone mostrou que a eficiência do equipamento depende, principalmente, de uma boa desagregação prévia do minério.

Uma etapa preliminar de desagregação junto com o controle dos parâmetros operacionais e geométricos do ciclone permitirá alcançar o diâmetro de corte adequado e uma separação eficiente da caulinita.

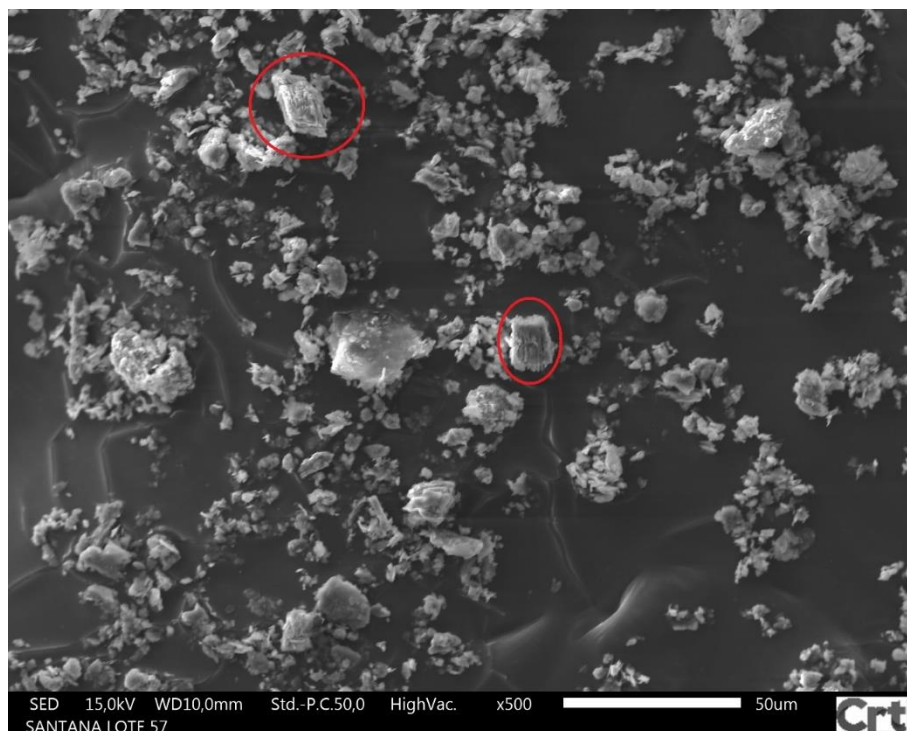


Figura 43: MEV da amostra nº 06. Aumento: 500x

No entanto, não é suficiente apenas uma desagregação preliminar do minério antes de alimentação da polpa ao ciclone. É importante que as partículas, principalmente de caulinita, se mantenham desagregadas quando estejam dentro do equipamento. Essa desagregação ou dispersão das partículas precisa ser, portanto, assegurada. A mesma pode ser realizada a partir da adição de agentes dispersantes na polpa. As partículas de argilominerais quando em contato com água e em função da sua granulometria muito fina possuem uma alta energia de interação entre elas, decorrente de forças eletrostáticas e das forças de van der Waals (LINS *et al*, 2000).

Assim quando a polpa é alimentada ao ciclone e devido ao gradiente de velocidades angulares no interior do equipamento, é provável que a barreira energética que mantém as partículas dispersas seja ultrapassada, propiciando consequentemente a sua agregação. Com isso, provavelmente as partículas de caulinita, durante a operação do ciclone, formariam agregados de partículas. Um agregado de caulinita possui um tamanho muito maior em comparação a uma partícula individualizada do mineral. A teoria de DLVO que explica a interação de partículas de tamanho ultrafino e coloidais, em meio aquoso, citada no

trabalho de LINS *et ali.* (2000) pode também ser aplicada a este caso para justificar a formação de agregados ou pacotes de caulinita.

Um dos procedimentos para evitar a formação de agregados e de manter as partículas em estado de dispersão é usando-se aditivos químicos adequados. Esses aditivos seriam adicionados à polpa durante a etapa de desagregação do caulim, a qual iria alimentar posteriormente o ciclone. Entre os aditivos, estaria um dispersante cuja função seria de aumentar a repulsão eletrostática entre as partículas, e um regulador de pH da polpa. Este último contribuiria para acentuar a ação do dispersante.

5.2.3 ANÁLISE QUÍMICA POR FLUORESCENCIA DE RAIOS-X

As análises de fluorescência de Raios-X foram realizadas com o objetivo de identificar os elementos químicos principais (Tabela 5) e os elementos menores (Tabela 6). Ambas as tabelas apresentam os resultados de 8 (oito) amostras analisadas, todas coletadas no overflow do ciclone.

Com exceção da amostra nº 04 (Tabela 5) as outras amostras apresentaram teores de SiO_2 entre 44 e 45% e teores de Al_2O_3 de aproximadamente 37 %. Os teores de Fe_2O_3 variaram entre 0,50 e 0,60% e a perda ao fogo (P.F) foi de 14%.

Por outro lado, os resultados de FRX obtidos a partir da análise das amostras coletadas (amostra nº 27, 42, 101, 116 e 132) no overflow em unidade de beneficiamento (Tabela 3) mostraram teores de SiO_2 entre 43 e 44%, Al_2O_3 de 44% e teores de Fe_2O_3 de 0,30%. A Perda ao fogo (P.F) variou entre 13,6 e 13,8%.

Tabela 5: Resultados de Fluorescência de Raios-X: Elementos Maiores

| AMOSTRA nº | SiO ₂ | TiO ₂ | Al ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | MnO | MgO | CaO | Na ₂ O | K ₂ O | P ₂ O ₅ | SO ₃ | BaO | LOI | Total |
|---------------|------------------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------|------|------|-------------------|------------------|-------------------------------|-----------------|------|-------|-------|
| UNIDADE (%m): | % | % | % | % | % | % | % | % | % | % | % | % | % | % |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| 01 | 44,7 | *<LD | 37,67 | 0,51 | 0,06 | 0,03 | 0,09 | 0,41 | 0,44 | 0,07 | <LD | 0,11 | 14,3 | 98,42 |
| 02 | 44,39 | <LD | 37,19 | 0,66 | 0,06 | 0,13 | 0,15 | 0,8 | 0,42 | 0,07 | <LD | 0,06 | 14,79 | 98,75 |
| 03 | 45,02 | <LD | 37,43 | 0,52 | 0,06 | 0,04 | 0,11 | 0,48 | 0,47 | 0,07 | <LD | 0,08 | 14,37 | 98,65 |
| 04 | 50,33 | 0,02 | 33,98 | 0,8 | 0,07 | 0,06 | 0,06 | 0,17 | 1,25 | 0,05 | <LD | 0,06 | 11,85 | 98,71 |
| 05 | 45,05 | <LD | 37,3 | 0,64 | 0,06 | 0,04 | 0,11 | 0,48 | 0,47 | 0,07 | <LD | 0,05 | 14,09 | 98,36 |
| 06 | 45,03 | <LD | 37,46 | 0,57 | 0,06 | 0,05 | 0,12 | 0,54 | 0,45 | 0,07 | <LD | 0,07 | 14,14 | 98,57 |
| 07 | 44,9 | <LD | 37,7 | 0,67 | 0,06 | 0,03 | 0,11 | 0,45 | 0,43 | 0,07 | <LD | 0,06 | 14,23 | 98,72 |
| 08 | 44,85 | <LD | 37,42 | 0,52 | 0,06 | 0,04 | 0,11 | 0,5 | 0,46 | 0,07 | <LD | 0,06 | 14,28 | 98,37 |

*LD = Limite de Detecção do equipamento

Tabela 6: Resultados de Fluorescência de Raios-X: Elementos Menores.

| AMOSTRA nº | Sc (PPM) | V (PPM) | Cr (PPM) | Co (PPM) | Ni (PPM) | Cu (PPM) | Zn (PPM) | Ga (PPM) | As (PPM) | Rb (PPM) | Sr (PPM) | Y (PPM) | Zr (PPM) |
|----------------------|----------|---------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|----------|
| Limite detecção (LD) | 5 | 15 | 20 | 10 | 10 | 15 | 20 | 5 | 5 | 10 | 20 | 15 | 20 |
| | | | | | | | | | | | | | |
| 01 | <LD | <LD | <LD | <LD | <LD | 35 | 24 | 22 | <LD | 23 | 48 | <LD | <LD |
| 02 | <LD | <LD | <LD | <LD | 10 | 35 | 27 | 24 | <LD | 21 | 59 | <LD | <LD |
| 03 | <LD | <LD | <LD | <LD | 11 | 32 | <LD | 23 | <LD | 25 | 48 | <LD | <LD |
| 04 | <LD | <LD | <LD | <LD | <LD | 28 | 24 | 25 | <LD | 84 | 22 | <LD | 35 |
| 05 | <LD | <LD | <LD | <LD | <LD | 32 | 20 | 23 | <LD | 24 | 48 | <LD | <LD |
| 06 | <LD | <LD | <LD | <LD | <LD | 31 | 20 | 23 | <LD | 23 | 51 | <LD | <LD |
| 07 | <LD | <LD | <LD | <LD | 11 | 35 | 27 | 23 | <LD | 22 | 52 | <LD | <LD |
| 08 | <LD | <LD | <LD | <LD | <LD | 32 | <LD | 23 | <LD | 24 | 49 | <LD | <LD |

*LD = Limite de Detecção do equipamento

| AMOSTRA nº | Nb (PPM) | Mo (PPM) | Sn (PPM) | Sb (PPM) | Cs (PPM) | Ba (PPM) | La (PPM) | Ce (PPM) | Pb (PPM) | Th (PPM) | U (PPM) | Cd (PPM) |
|----------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|----------|
| Limite detecção (LD) | 5 | 5 | 10 | 10 | 10 | 50 | 15 | 20 | 15 | 10 | 10 | 10 |
| | | | | | | | | | | | | |
| 01 | <LD | 6 | <LD | <LD | <LD | 191 | 27 | 48 | 251 | 11 | <LD | <LD |
| 02 | <LD | 6 | <LD | <LD | <LD | 269 | 36 | 46 | 140 | 13 | <LD | <LD |
| 03 | <LD | 6 | <LD | <LD | <LD | 181 | 28 | 40 | 116 | 11 | <LD | <LD |
| 04 | <LD | 6 | <LD | <LD | <LD | 114 | <LD | <LD | 51 | <LD | <LD | <LD |
| 05 | <LD | 6 | <LD | <LD | <LD | 184 | 32 | 44 | 118 | 12 | <LD | <LD |
| 06 | <LD | 6 | <LD | <LD | <LD | 192 | 34 | 50 | 122 | 12 | <LD | <LD |
| 07 | <LD | 6 | <LD | <LD | <LD | 193 | 35 | 48 | 266 | 11 | <LD | <LD |
| 08 | <LD | 6 | <LD | <LD | <LD | 182 | 36 | 44 | 117 | 12 | <LD | <LD |

*LD = Limite de Detecção do equipamento

Os teores de SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , e P.F., correspondentes aos concentrados de caulim (produto overflow) realizados em unidade de beneficiamento e em escala de bancada, determinados neste trabalho, apresentaram algumas diferenças. Essas diferenças se devem, provavelmente, à presença de outros minerais como quartzo, moscovita, e feldspato, presentes no também no overflow. Sabe-se que a moscovita e o feldspato são também aluminossilicatos, assim como a caulinita. Outras possíveis causas seria que as amostras usadas não teriam a mesma composição mineralógica e química, devido a sua procedência de diferentes áreas mineralizadas.

A composição química dos produtos obtidos no ciclone em escala de bancada foram os que mais se aproximam dos teores referenciados por Dana (1984) a saber 46,5 (SiO_2); 39,5% (Al_2O_3) e 14% (P.F). Essa análise corresponde a amostras exclusivamente de caulinita. Enquanto que neste trabalho, os concentrados obtidos apresentaram porcentagens de caulinita entre 82,41 e 92,9 conforme mostrado na Tabela 5.

Na Tabela 6 que mostra os teores de elementos menores, destaca-se a presença bário, chumbo, zinco, cobre, entre outros, em concentrações de ppm. O bário se explica pela presença de barita. Os outros minerais não foi possível sua identificação devido às limitações do método de análise.

6. CONCLUSÕES

O emprego de hidrociclones no beneficiamento de caulim é uma tecnologia inovadora para a região da Borborema e do Seridó e que, embora timidamente começa a ser introduzida, é uma boa alternativa que permitiria a otimização do beneficiamento de caulim, em comparação ao beneficiamento com uso de peneiras.

O hidrociclone é um equipamento bastante simples, ocupa pouco espaço físico, de alta eficiência e capacidade, quando usado na etapa de classificação de partículas de tamanho micrométrico, como seria o caso do minério de caulim da região do Seridó.

O controle dos parâmetros operacionais e físicos do ciclone, entre eles pressão de alimentação da polpa, vazão de alimentação da polpa, abertura do apex, entre outros, são essenciais para alcançar as melhores condições de operação, otimizando o processo e atingindo a granulometria de corte desejada, na fração do overflow.

Os ensaios realizados em hidrociclone em escala de bancada mostraram a possibilidade de obtenção de concentrados com teores de 92,92 % de caulinita, ajustando a pressão de alimentação da polpa em $2,0 \text{ kg.cm}^{-2}$; abertura do apex em 10 mm, alimentação da polpa com válvula aberta (vazão máxima do circuito). Outros parâmetros foram mantidos constantes como granulometria de alimentação: < 60 malhas (0,250 mm) e 22,0 % de porcentagem de sólidos.

As perdas de caulinita no *underflow* do ciclone, ainda que não quantificadas, podem ser constatadas neste trabalho. As mesmas precisam ser minimizadas, no intuito de aumentar a recuperação do mineral e diminuir os impactos ambientais, consequentemente diminuindo a geração de rejeitos e resíduos.

As análises DRX mostram que a composição mineralógica do minério de caulim é de caulinita, moscovita, quartzo e microclina. Havendo também a presença de outros minerais, porém em pequenas porcentagens.

As imagens obtidas a partir da microscopia eletrônica, realizada em amostras do overflow, underflow e alimentação do ciclone, confirmaram no overflow, a caulinita como mineral predominante, e também a presença de outros

minerais contaminantes, como o quartzo, a mica (moscovita), calcita, anidrita, rutilo, e alguns minerais de fosfatos, não identificados.

A mica é mineral que possui grande capacidade de deformação, é também bastante friável, e possui uma densidade próxima à da caulinita. Por isso, a sua separação é difícil, e na classificação no ciclone, frações de micas acabam indo para o *overflow*, saindo junto com a caulinita.

As imagens de MEV obtidas pelo detector de elétrons secundários e microsonda com detector de EDX mostraram que a agregação das partículas de caulinita é causa das perdas no underflow do ciclone.

Observou-se pelas imagens do MEV que, há um comportamento natural da caulinita constituir agregados de partículas com diferentes tamanhos.

O processo de classificação (ou concentração) de caulinita no hidrociclone mostrou que a eficiência dessa operação depende, principalmente, de uma boa desagregação prévia do minério.

Uma etapa preliminar de desagregação junto com o controle dos parâmetros operacionais e geométricos do ciclone permitirá alcançar o diâmetro de corte adequado e maiores teores do mineral, caracterizando uma separação eficiente da caulinita.

No entanto, não é suficiente apenas uma desagregação preliminar do minério antes de alimentação da polpa ao ciclone. É importante que as partículas, principalmente de caulinita, se mantenham desagregadas quando estejam dentro do equipamento. Essa desagregação ou dispersão das partículas precisa ser assegurada.

A teoria de DLVO que explica a interação de partículas de tamanho ultrafino e coloidais, em meio aquoso, pode também ser aplicada a este caso para compreender a formação de agregados ou pacotes de caulinita.

Um dos procedimentos para evitar a formação de agregados e de manter as partículas em estado de dispersão é usando-se aditivos químicos adequados. Esses aditivos seriam adicionados à polpa durante a etapa de desagregação do caulim, a qual iria alimentar posteriormente o ciclone. Entre os aditivos, estaria um dispersante cuja função seria de aumentar a repulsão eletrostática entre as

partículas, e um regulador de pH da polpa. Este último contribuiria para acentuar a ação do dispersante.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Os estudos de outras variáveis como a porcentagem de sólidos poderão acrescentar informações relevantes, e melhorar ainda mais a eficiência de classificação de hidrociclones para o beneficiamento do caulim.

As imagens obtidas ao longo da pesquisa nos mostram a presença de caulinita no underflow sendo descartada como rejeito. Estudos buscando compreender o comportamento da caulinita e a teoria DLVO podem ser desenvolvidos com o objetivo de minimizar os efeitos de atração entre as partículas ultrafinas.

Outras pesquisas podem ser desenvolvidas visando otimizar o processo de desagregação do caulim, tornando assim a alimentação do hidrociclone uma polpa com partículas mais finas.

Além disso, estudos visando conhecer os melhores agentes dispersantes e também o pH ideal para a ação dos mesmos são questões a serem levantadas e discutidas em trabalhos posteriores.

8. AGRADECIMENTOS

À CAPES pela concessão da bolsa de estudos. Ao MCTI pelo apoio financeiro através do projeto EAs CETEM/UFCG.

Ao meu orientador Dr. Elbert Valdiviezo Viera, pela paciência e perseverança na execução destes estudos.

Ao Dr. Francisco Wilson Hollanda Vidal e ao Dr. Luiz Carlos Bertolino pelos direcionamentos e conselhos, além do apoio na realização dos ensaios de caracterização nas instalações do CETEM-RJ.

9. REFERÊNCIAS

ALMEIDA F.F.M. DE, HASUI Y., BRITO-NEVES B.B DE, FUCK R. A. **Brazilian Structural Provinces: an introduction.** Earth-Sci. Rev., 78 17: 1-29. 1981.

ARAÚJO, I. O., SOUZA, A. G., SANTOS, I. M. G., NASCIMENTO, M. R. **Caracterização Química de Caulins de Junco do Seridó-PB.** Revista Cerâmica Industrial, ed 17. Março/Abril, 2012.

AVELINO, N. N. M. at all **Extração do Caulim em Junco do Seridó, Paraíba: análise dos impactos ambientais e da saúde dos trabalhadores.** Congresso Norte Nordeste de Pesquisa e Inovação 2012.

BERTOLINO, L. C. **Caracterização Tecnológica e Mineralógica dos Caulins Belmiro Braga e São Miguel do Anta, Minas Gerais.** Anuário do Instituto de Geociências – UFRJ. Rio de Janeiro, 2012.

BRISTOW, C. M. **Kaolin paper underpins current demand.** Industrial Minerals, p.62-67, July. 1987a

BRISTOW, C. M. **World Kaolins: genesis, exploitation and application.** Industrial Minerals, p.45-87. 1987b

BRITO NEVES, B. **Regionalização geotectônica do Pré-cambriano nordestino.** São Paulo. Tese de Doutorado. Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, Tese de Livre Docência 198p. 1975

BRITO, B., SANTOS, E., SCHMUS, W. **Tectonic history of the Borborema Province.** 31st International Geological Congress, Pg 151-182. Rio de Janeiro, 2000.

BUDDINGTON, A.F. **Granite emplacement with special reference to North America.** Geological Society of America Bulletin 70, 671–748. 1959.

CARRISSO, R. C. C. e Correia, J. C. G. **Classificação e Peneiramento.** In: Luz, A. B.; Sampaio, J. S e Almeida, S. L. M. (Ed). **Tratamento de Minérios. 4a ed.** Rio de Janeiro, p.197-23: CETEM, 2004.

CERNY. **Fertile granites of Precambrian rare-element pegmatite fields: is geochemistry controlled by tectonic setting or source lithologies.** Precambrian Research 51. Pg 429-468. 1991.

CHAVES, A. P. **Teoria e Prática do Tratamento de Minérios.** São Paulo: Signus Editora. 1ª Edição, 1996.

DANA, J.D. - **Manual de mineralogia.** Rio de Janeiro. Livros Técnicos e Científicos Editora S.A. 643p. 1984.

DA LUZ, A. B., LINS F.A.F.; **Rochas & Minerais Industriais/Ed.** Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2005.

DA SILVA, F. A. N. **Estudos de caracterização tecnológica e beneficiamento do caulim da Região Borborema-Seridó (RN)** / Fernanda Arruda Nogueira Gomes da Silva [et al.]. — Rio de Janeiro: CETEM, 2008.

DA SILVA, M., HOLL, R., BEURLIN, H. **Borborema Pegmatitic Province: geological and geochemical characteristics.** Journal of South American Earth Sciences. Pg. 355-364. 1995.

GRIM, R E. **Clay Mineralogy.** New York: McGraw-Hill, p.29 (geological Science Series). 1958

JAHNS, R. **The study of pegmatites.** Economic Geology 50th Anniversary Volume, 1025-1130. 1955.

KELLY, E. G. E SPOTTISWOOD, D. J. **Introduction to mineral processing.** New York: John Wiley & Sons, p.199-236. 1982

LIMA, R. C. O. **Diagnóstico dos impactos ambientais decorrentes do beneficiamento de caulim no município de Equador – RN.** REVISTA DE BIOLOGIA E CIÊNCIAS DA TERRA, Volume 10 - Número 2 - 2º Semestre. 2010.

LINS, F.F., ADAMIAN, R. **Minerais Coloidais, Teoria DLVO Estendida e Forças Estruturais**, Série Tecnologia Mineral no 78, CETEM/MCTI, Rio de Janeiro, RJ, 29 p. 2000.

LUZ, A. B.; DAMASCENO, E. C.. **Caulim: Um mineral industrial importante** – Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, Série Tecnologia Mineral No. 65, Rio de Janeiro, RJ. 1993

LUZ, A. B. e CHAVES, A. P. **Tecnologia do Caulim: ênfase na indústria de papel**, 72p., Série Rochas e Minerais Industriais no 1, CETEM/MCT, 2000.

MIRANDA, M., GONZAGA, R., GUZZO, P., BARRETO, S., MELGAREJO, J. **Estudo da suscetibilidade ao escurecimento por radiação gama de quartzo róseo-leitoso da província pegmatítica da Borborema**. Revista Brasileira de Geociências, volume 42. Pg. 293-294. Junho/2012.

MONTE, M. B. M., CARVALHO, E. A., FERREIRA, O., CABO, S. S., “Caulim CADAM”. In: SAMPAIO, J. A., LUZ, A. B., LINS, F. F. (eds), **Usinas de beneficiamento de minérios do Brasil**, 1 ed., cap. 01, Rio de Janeiro, Brasil, Centro de Tecnologia Mineral. 2001

MURRAY, H.H. & KELLER, W. **Kaolins, kaolins, and kaolins**. In: MURRAY, H.H.; BUNDY, W. & HARVEY, C. (eds.) Kaolin Genesis and Utilization, The Clay Minerals Society: Boulder, p. 1-24. 1993

ROSKILL. In: www.roskill.com 2004.

SAMPAIO J. A., OLIVEIRA G. P., SILVA A. O., “**Ensaio de classificação em Hidrociclone**”, CETEM, Rio de Janeiro. 2007

SANTOS, E. **Ensaio preliminar sobre terrenos e tectônica acrecionária na Província Borborema**. Pg 47-50. Salvador, 1996.

SANTOS, J.O.S, HARTMANN, L.A., GAUDETTE, H.E., GROVES, D.I., MCNAUGHTON, N.J., FLETCHER, I.R. **A new understanding of the provinces**

of the Amazon Craton based on integration of field mapping and U-Pb and Sm-Nd geochronology. Gondwana Research, 3(4):453-488. 2000.

SANTOS, L., FUCK, R., SANTOS, E., DANTAS, E. **Análise tectônica de terrenos: metodologia, aplicação em cinturões orogênicos e exemplo das províncias Tocantins e Borborema, Brasil.** Geonomos 22. Pg 51-63. 2015.

SANTOS, E. J.; MEDEIROS, V. C. **Constraints from granitic plutonism on Proterozoic crustal growth of the Transverse Zone, Borborema Province, NE Brazil.** Revista Brasileira de Geociências, v. 29, p. 73-84, 1999.

SILVA, F. A. N. G.; MELLO L. S.; SAMPAIO J. A.; LUZ A. B.; TEIXEIRA F. S.: **CARACTERIZAÇÃO E BENEFICIAMENTO FÍSICO QUÍMICO DO CAULIM DA REGIÃO BORBOREMA SERIDÓ.** II Simpósio de Minerais Industriais do Nordeste, Pernambuco 2010.

SILVA, M. R. R., DANTAS, J. R. A., **Província pegmatítica da Borborema-Seridó, Paraíba e Rio Grande do Norte.** In: DNPM/CPRM (eds) Principais Depósitos Minerais do Brasil, 1 ed., v. 4b, Brasília, Brasil, Departamento Nacional de Produção Mineral. 1997

SOUSA SANTOS, P. **Tecnologia de argilas, aplicada às argilas brasileiras.** 1a ed. vol.1. São Paulo: Edgard Blücher, Universidade de São Paulo, 340 p. 1975.

VAN SCHMUS, W.R.; BRITO NEVES, B.B.; HACKSPACHER, P.C.; BABINSKI, M.; FETTER, A.; DANTAS, E. 1995b. **Neoproterozoic and late Mesoproterozoic sedimentary and volcanic sequences in the Borborema Province, NE Brazil.** In: SIMP. GEOL. NORDESTE, 16. Recife, 1995. Atas... Recife, SBG. v. 2, p. 391-393. 1995.

VIDAL, F., NOGUEIRA NETO, J. **Minerais de Pegmatitos.** Rochas e Minerais Industrias do Ceará. Pg. 67-81. Rio de Janeiro-RJ. Dezembro/2005.

ANEXO 1: INFORMAÇÕES SOBRE PROCEDIMENTOS ADOTADOS NA
PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA AS ANÁLISES REALIZADAS PELO
CRTI - CENTRO REGIONAL PARA O DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO
E INOVAÇÃO

DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

As medidas de difração de raios-X (DRX) foram realizadas em um difratômetro *Bruker D8 Discover*. Utilizou-se radiação monocromática de um tubo com anodo de cobre acoplado a um monocromador *Johansson* para $K\alpha 1$ operando em 40KV e 40mA, configuração Bragg-Brentano θ - 2θ , detector unidimensional *Lynxeye*, intervalo de 2θ de 3° a 100° , com passo de $0,02^\circ$. As amostras foram mantidas em rotação de 15 rpm durante a medida. Para identificação dos argilominerais, foi necessária uma preparação que envolve método de separação granulométrica, glicolagem e aquecimento.

Preparação da fração argila:

O preparo envolve a mistura de 3 gramas do material em 150 ml de água destilada em um béquer com agitação manual até obter uma mistura homogênea e em seguida foi processada em duas etapas de centrifugação:

Etapla 1: Separação das frações grossas e finas ($\leq 2\mu\text{m}$): A mistura foi centrifugada a 750 rotações por minuto (rpm) durante 7 minutos. O sobrenadante, com material em suspensão (fração argila) é reservado e recolocado em tubo de ensaio.

Etapla 2: Separação da fração argila: O sobrenadante foi centrifugado a 3000 rpm durante 30 minutos. A água residual foi descartada e o material decantado possui granulometria em fração argila ($\leq 2\mu\text{m}$).

Elaboração da lâmina orientada:

A fração argila obtida na segunda etapa de centrifugação foi depositada em lâmina de vidro e, com auxílio de outra lâmina, foi orientado e seco à temperatura ambiente (aproximadamente 22°C). Após a secagem do material, um difratograma da lâmina orientada e seca ao ar foi adquirido, denominada *Fração Argila*. Após o ensaio, o material é submetido a solvatação com etilenoglicol por 12 horas, e após este tratamento foi coletado outro difratograma denominada *Glicolada*. A fração glicolada é submetida a um tratamento térmico por 4h30min

à 490°C, após este tratamento térmico, outro difratograma foi obtido, denominado *Aquecida*. Estes ensaios são conduzidos para comprovação dos filossilicatos existentes nas amostras.

FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X

Secagem

Inicialmente as amostras foram secadas em estufa a 105°C por 12 horas.

Calcinação

O processo de calcinação é destinado à determinação do conteúdo total de voláteis na amostra (Perda ao Fogo = LOI).

Foi utilizado uma massa de aproximadamente 3 g de amostra para a calcinação. As amostras foram depositadas em cadinhos de porcelana em seguida foram levadas ao forno do tipo mufla a 900 °C por 2 horas e posteriormente deixadas em dissecador para se adequar à temperatura do ambiente e pesada novamente.

Fusão

Após a calcinação, as amostras foram submetidas ao processo de fusão em cadinho de platina utilizando tetraborato de lítio ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) como fundente na proporção de 9 g de fundente para 1 g de amostra calcinada. Brometo de lítio (LiBr) for utilizados como auxiliar para a desmoldagem do vidro. A fusão foi conduzida em equipamento Vulcan, com bicos queimadores de GLP por aproximadamente 14 minutos, com agitação periódica para homogeneização da mistura e obter a pérola fundida após resfriamento.

Prensagem

Foi adicionado à amostra 9 pastilhas moídas de aglutinante da marca Polysius /Polab Mahlhilfe. A amostra previamente seca foi então homogeneizada com o aglutinante por 2 minutos em moinho planetário de bolas, e em seguida foi preparada na prensa da marca Herzog HTP40, utilizando a força de prensa de 15 Toneladas por 20 segundos.

Técnica analítica de espectrometria de Fluorescência de Raios – X

As medidas de fluorescência de raios-X (FRX) foram realizadas em um espectrômetro *WDS Bruker S8 Tiger*, equipado com tubo de Rh. A calibração foi

realizada com o pacote *GeoQuant M* da Bruker composto por padrões de rochas e minerais naturais.

MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As amostras, foram fixadas em fita adesiva de carbono sobre porta amostras de latão, e recobertas com carbono como material condutor. As análises composicionais foram realizadas pela técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EDS), com um detector de raios-X Oxford Instruments X-MaxN, acoplado a um microscópio eletrônico de varredura (MEV) JEOL JSM-IT300. O microscópio eletrônico foi operado com tensão de aceleração de elétrons de 15 kV.

As micrografias foram obtidas a partir de diferentes modos de detecção: elétrons secundários (SED) e elétrons retroespalhados (BED-C). Os mapas composicionais obtidos por EDS, onde cada cor indica um elemento químico e sua distribuição espacial. Sobre cada grão indicado nas figuras, está nomeado o mineral identificado.